

SNKP 2015

**Seminar Nasional Kimia dan
Pembelajarannya**

*“Riset Kimia dan Pembelajarannya
Bersinergi Membangun Negeri”*

PROSIDING

31 Oktober 2015

AULA FMIPA

Universitas Negeri Malang

ISBN 978-602-96714-0-7

ORGANIZED BY:



SUPPORTED BY:



DARTAR ISI

Pembicara Utama

PENGEMBANGAN TOPIK DAN APLIKASI DALAM RISET SENSOR KIMIA & BIOSENSOR MENGGUNAKAN PENDEKATAN PEMBELAJARAN BERBASIS PROYEK	13
Bambang Kuswandi	
MEKANISME HIPOKOLESTEROLEMIK FOS-INULIN UMBI YAKON: VARIASI LAMA PEREBUSAN	28
Leny Yuanita	
KONTRIBUSI PEMBELAJARAN KIMIA YANG MENDASAR DALAM MENCIPTAKAN GENERASI EMAS	37
Effendy	

Pemakalah Paralel

Bidang Kimia

DESKRIPSI KESTABILAN STRUKTUR SENYAWA HETEROLEPTIK HIPERVALEN POSPOR PENTAHALIDA	467
Yahmin, Mohammad Sodik Ibnu, Muhammad Su'aidy, Muhadi	
SINTESIS METIL ESTER DARI MINYAK SAWIT <i>OFF GRADE</i> DENGAN KATALIS HETEROGEN SEBAGAI SUMBER ENERGI TERBARUKAN	474
Aman Santoso, Hayuni Retno, Mahmudi	
STUDI PEWARNA KERAMIK BERBASIS OKSIDA LOGAM MnO_2-Fe_2O_3 DENGAN ATAU TANPA KALSINASI	487
Sumari, Zeni Chumidawati	
ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) PADA BEBERAPA JENIS SAYURAN YANG DITANAM DI DAERAH PADAT LALU LINTAS	497
Safi'isrofiyah, Tri Yunita Maharani, Dyah Wijayanti, Sumari	
UJI POTENSI SUMBER ENERGI LISTRIK ALTERNATIF PADA BUAH - BUAHAN	505

LOKAL DAN PEMANFAATANNYA PADA PRAKTIKUM ELEKTROKIMIA

Anjamputra A. Embisa, Kholifia Indra Rahmawati, Yuski Sudana

Prosiding
Seminar Nasional Kimia dan Pembelajarannya (SNKP) 2015
Malang, 31 Oktober 2015

PEMBUATAN SILIKA DARI ABU SISA PEMBAKARAN BATU BATA DAN APLIKASINYA PADA PEMURNIAN ETANOL	514
Baiq Fara D. Sofia, Sunniarti Ariani, Putu Rizky Febrilia	
PEMBUATAN KERTAS INDIKATOR ALAMI	520
Heru E. Manafe, Muhammad Ali Kurniawan, Noni Asmarisa, Sumari	
STUDI KADAR ALUMINIUM (Al), BESI (Fe), MANGAN (Mn), ION NITRAT (NO₃⁻), ION NITRIT (NO₂⁻), KESADAHAN (CaCO₃), ION KLORIDA (Cl⁻), DAN pH DALAM AIR MINUM ISI ULANG DI SEKITAR KAMPUS UNIVERSITAS NEGERI MALANG	528
Okky Krisdiantoro, Bayu Bramasta Giri, Budi Riani, Sumari	
FAKTOR-FAKTOR YANG MEMPENGARUHI KARAKTER NANOPARTIKEL γ-Fe₂O₃ PADA SINTESIS SECARA ELEKTROKIMIA	534
Fauziatul Fajaroh*, I Wayan Dasna	
UJI EFEKTIVITAS KURKUMIN FAMILY ZINGIBERACEAE SEBAGAI INDIKATOR ALAMI IDENTIFIKASI BORAKS	545
Agtri Wulandari, Dayu Ardhiyatmita Nur R., Nur Hikmah, Sumari	
OPTIMASI PEMURNIAN ENZIM PROTEASE ALKALI <i>Bacillus brevis</i> MENGGUNAKAN METODE FRAKSINASI AMONIUM SULFAT	555
Apriana Wike N.M, Suharti	
UJI PERBANDINGAN EFEKTIVITAS DAYA BASMI BUBUK BIJI PEPAYA VARIETAS THAILAND, BIJI PEPAYA VARIETAS CALIFORNIA DAN BIJI PARE TERHADAP JENTIK NYAMUK	564
Arvinda C Lalang, Herlina Apriani, Lukmanul Hakim, Sumari	
EFEKTIVITAS DAUN SELEDRI (<i>APIUM GRAVEOLENS L.</i>) SEBAGAI ANTIBAKTERI TERHADAP KETAHANAN TAHU	571
Eris Ratnawati, Noor Fathi M, Yessita Puspaningrum, Halimah Mustika N, Sumari	
OPTIMASI PEMURNIAN PROTEASE ALKALI DARI <i>BACILLUS BREVIS</i> MENGGUNAKAN METODE FRAKSINASI ETANOL	577
Wahidatul Ainia Rosyai, Suharti, Eli Hendrik Sanjaya	
IDENTIFIKASI ISOLAT INDIGEN PENGHASIL ALKALINE PROTEASE YANG DIISOLASI DARI LIMBAH PENYAMAKAN KULIT MENGGUNAKAN SEKEUN 16S rRNA	584
Suharti	
STUDI KANDUNGAN EKSTRAK DAUN BINAHONG (<i>Anredera Cordifolia</i> (Ten.) Steeins) DENGAN MENGGUNAKAN BERBAGAI PELARUT METANOL, ETANOL, DAN N-HEXANE	592
Ayu Ratna Permanasari	
STUDI KANDUNGAN VITAMIN C PADA MINUMAN SEGAR DARI DAUN MURBEI DENGAN ATAU TANPA KARBONASI	600
Diah Purwaningtyas, Ambar Retnoningrum, Rima Dhian Pratiwi, Sumari	
PENGARUH PENAMBAHAN BUBUK BAWANG MERAH (<i>Allium Ascalonicum</i>) TERHADAP BILANGAN PEROKSIDA DAN KADAR ASAM LEMAK BEBAS MINYAK GORENG CURAH	610
Erma Yulianingtyas, Roushandy Asri F., Vinda Cory I., dan Sumari	

Prosiding

Seminar Nasional Kimia dan Pembelajarannya (SNKP) 2015

Malang, 31 Oktober 2015

ANALISIS KANDUNGAN ZAT PEWARNA SINTETIK PADA JAJANAN ANAK SEKOLAH DI KOTA MALANG DENGAN METODE KROMATOGRAFI KERTAS DAN SPOT TEST	617
Ika Budi Yulastini, Moh. Abd. Majid, Ali Amirul M, Sumari	
EKSTRAKSI TERPENOID DARI DAUN MIMBA UNTUK ISI ULANG INSEKTISIDA ELEKTRIK	627
Musya'idah, Ragil Sugeng Dewantoro, Sumari	
UJI KUALITATIF KANDUNGAN FLAVONOID DAN VITAMIN C PADA DAUN KELOR (MORINGA OLEIFERA) DAN APLIKASINYA SEBAGAI PERMEN JELLY	633
Billy A. Kalay, Nuryana Wahyuning Sari, Ririn Andini, Urwatil Wutqo Amry, Sumari	
STUDI KANDUNGAN VITAMIN C DAN FLAVONOID PADA BAWANG PUTIH UMBI TUNGGAL DAN BAWANG PUTIH UMBI BANYAK	638
Mawaddah Muhlis, Qory Laila Rusda, Wulan Ratia Ratulangi, Sumari	
SKRINING FITOKIMIA EKSTRAK ETANOL 96% DAUN KENITU (<i>Chrysophyllum cainito L</i>)	646
Taufan Hadi Susanto, Wiwik Widodo, Hanie Vidya Christie, Sumari	
Efektivitas Pengolahan Lindi dengan Instalasi ABR Terhadap Kualitas Lindi TPA Tlekung	652
Irma Kartika Kusumaningrum, Anugrah Ricky Wijaya, Neena Zakia, Yudhi Utomo, Munzil Arief	

FAKTOR-FAKTOR YANG MEMPENGARUHI KARAKTER NANOPARTIKEL γ -Fe₂O₃ PADA SINTESIS SECARA ELEKTROKIMIA

Fauziatul Fajaroh*, I Wayan Dasna
Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Malang
Jl. Semarang 5 Malang 65145

*Corresponding author's email: fauziatul.fajaroh.fmipa@um.ac.id

ABSTRAK: Nanopartikel γ -Fe₂O₃ (maghemite) merupakan salah satu material yang banyak dimanfaatkan sebagai adsorben ataupun katalis. Salah satu metode sintesis nanopartikel maghemite adalah metode elektrokimia. Sintesis nanopartikel maghemite secara elektrokimia dalam penelitian ini dilakukan dengan menggunakan elektrolit larutan Fe(NO₃)₃ dalam etanol dan electrode karbon pada 40-70V dengan jarak antar electrode 1-3cm. Tujuan penelitian adalah mempelajari pengaruh voltase dan jarak antar electrode terhadap karakter partikel yang dihasilkan. Sintesis dilakukan dengan konsentrasi elektrolit yang konstan (0,02 M). Proses sintesis dilakukan selama 3 jam. Partikel maghemite (γ -Fe₂O₃) terbentuk pada permukaan katoda berupa serbuk coklat. Maghemite (γ -Fe₂O₃) yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi dengan XRD (*X-Ray Diffraction*), SEM (*Scanning Electron Microscopy*), dan BET (*Brunauer- Emmet-Teller*). Berdasarkan hasil sintesis dan karakterisasi, disimpulkan bahwa : karakter nanopartikel maghemite dipengaruhi oleh voltase dan jarak antar electrode, semakin besar voltase dan semakin kecil jarak antar electrode, semakin besar ukuran partikel yang dihasilkan. Nanopartikel maghemite yang dihasilkan bermorfologi bola, berukuran rata-rata sekitar 18nm dan bersifat ferromagnetik. Nanopartikel yang disintesis pada 40 V dengan jarak antar electrode 1cm menunjukkan luas permukaan spesifik 235,473m²/g. Cara ini merupakan cara sederhana dalam memproduksi nanopartikel, khususnya maghemite.

Kata kunci: γ -Fe₂O₃, nanopartikel, sintesis secara elektrokimia

ABSTRACT: Nanoparticles γ -Fe₂O₃ (maghemite) is one material that is widely used as adsorbent or catalyst. One method of synthesis of the nanoparticles is electrochemical method. Electrochemical synthesis of maghemite nanoparticles in this study was done by using the solution of Fe (NO₃)₃ in ethanol as electrolyte and carbon as electrodes at 40-70V with electrode spacing between 1-3cm. The research objective was to study the effect of voltage and distance between electrodes to the character of the resulting particles. Synthesis was done with a constant electrolyte concentration (0.02M). The synthesis process carried out for 3 hours. Particle of maghemite (γ -Fe₂O₃) was formed on the surface of the cathode in the form of brown powder. Maghemite (γ -Fe₂O₃) was then characterized by XRD (*X-Ray Diffraction*), SEM (*Scanning Electron Microscopy*), and BET (*Brunauer- Emmet-Teller*). Based on the results of the synthesis and characterization, it was concluded that: the character of maghemite nanoparticles is affected by the voltage and distance between electrodes, the greater the voltage and the smaller the distance between the electrodes, the larger the size of the particles were produced. Maghemite nanoparticles that was produced in spherical morphologies, the average size is approximately 18nm and ferromagnetic. The nanoparticles were synthesized at 40 V with a 1cm electrode spacing showed the specific surface area of 235,473m² / g. This method is a simple way to produce nanoparticles, especially maghemite.

Keywords: γ -Fe₂O₃, nanoparticles, electrochemical synthesis

PENDAHULUAN

Nanosain dan teknologi merupakan ilmu dan rekayasa dalam sintesis material, struktur fungsional, maupun piranti dalam skala nanometer. Material dengan ukuran nanometer memiliki sifat kimia dan fisika yang lebih unggul dibandingkan material berukuran besar (*bulk*). Salah satu nanomaterial yang menarik untuk dikembangkan adalah nanopartikel magnetik, seperti *magnetite* (Fe_3O_4) dan *maghemite* ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) [1].

Nanopartikel magnetik memiliki peranan penting dalam perkembangan teknologi. Sifat magnetiknya dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi diberbagai bidang. Dalam dunia industri, nanopartikel magnetik telah digunakan sebagai katalis pada reaksi-reaksi penting, meliputi sintesis NH_3 , desulfurasi gas alam, dehidrogenasi etil benzena menjadi stirena, sintesis Fisher-Tropsch untuk hidrokarbon, oksidasi alkohol, pembuatan butadiena dalam skala besar dan dapat mengkatalisis reaksi oksidasi dan reduksi [2]. Material tersebut juga digunakan sebagai pigmen cat, keramik dan porselen, karena stabil dan tahan terhadap asam dan alkalis [1]. Di bidang lingkungan, nanopartikel magnetik juga dapat diaplikasikan sebagai adsorben dari zat-zat pencemar [3].

Luasnya aplikasi nanopartikel magnetik, khususnya *maghemite*, dalam berbagai bidang tersebut mendorong dikembangkannya berbagai metode sintesis dengan tujuan untuk menghasilkan nanomaterial dengan karakter seperti yang diinginkan. Metode dan kondisi sintesis berpengaruh terhadap karakter partikel tersebut seperti ukuran dan bentuk, distribusi ukuran, sifat permukaan partikel, serta kristalinitas dan kemagnetan dari nanopartikel yang dihasilkan [2]. Metode sintesis nanopartikel *maghemite* yang selama ini banyak dikembangkan adalah ko-presipitasi karena kesederhanaannya dan hasilnya yang memadai. Namun karena sintesis yang dilakukan dengan penambahan alkali pada campuran garam besi (II) dan (III) berlangsung spontan, maka sulit untuk mengontrol proses kristalisasinya sehingga seringkali menghasilkan partikel yang *polidisperse* dan *teraglomerasi*[4].

Sintesis nanopartikel *maghemite* dengan metode elektrokimia menawarkan beberapa keunggulan, antara lain sederhana dan mudah dilakukan, tidak mahal, cepat, tidak memerlukan suhu tinggi, serta mudah dikontrol [3]. *Maghemite* dapat dideposisikan di anode atau katode, sebagai lapisan (nanostruktur) atau partikel (nanopartikel) bergantung pada kondisi reaksi. Pascal dkk mendeposisikan nanopartikel *maghemite* yang bersifat amorf di anode dengan rentang ukuran 3-8 nm dengan cara elektro-oksidasi besi dalam larutan tetraoktilamonium bromida yang dilarutkan dalam *N,N*-dimetilformamida (DMF) pada voltase 1,8 sampai 4 V dengan besi sebagai electrode [5]. Selain berperan sebagai elektrolit, ion tetraoktilsekaligus bertindak sebagai surfaktan yang akan teradsorpsi pada permukaan partikel sehingga partikel terhindar dari aglomerasi. Dengan demikian dapat diperoleh partikel-partikel yang monodispersi. Namun di sisi lain, adsorpsi surfaktan pada

permukaan justru menurunkan performansi partikel dalam berbagai aplikasi. Untuk menghindari hal ini, diperlukan suatu tindakan khusus (misalnya pemanasan) untuk menghilangkan surfaktan tersebut.

Sintesis maghemite secara elektrokimia tanpa surfaktan telah dilakukan oleh Park dkk yang menggunakan larutan FeCl_3 sebagai elektrolit dengan baja sebagai elektrode dengan rapat arus 150 – 2000 mA cm^{-2} [3]. Hasil yang diperoleh adalah partikel maghemite yang berdiameter 7 – 23 nm yang bersifat feromagnetis yang kemudian diaplikasikan sebagai adsorben dari As (V).

Berdasarkan kedua penelitian di atas, tampak bahwa parameter elektrokimia, seperti jenis dan konsentrasi elektrolit, jenis elektrode, voltase atau rapat arus yang diaplikasikan berpengaruh terhadap produk yang dihasilkan. Parameter-parameter elektrokimia ini, termasuk jarak antar elektrode, juga ditemukan berpengaruh terhadap karakter nanopartikel magnetite (Fe_3O_4) yang dihasilkan dari elektro-oksidasi besi dalam air [6-8]. Itulah sebabnya masih terbuka peluang untuk melakukan studi pengembangan sintesis nanopartikel, khususnya nanopartikel *maghemite*, secara elektrokimia, dengan jalan mengontrol parameter sintesis. Oleh karena itu sangat beralasan bila dilakukan studi tentang “Faktor-faktor yang Mempengaruhi Karakter Nanopartikel $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ pada Sintesis secara Elektrokimia”. Sintesis ini memanfaatkan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dalam etanol sebagai elektrolit dan elektrode karbon. Penggunaan etanol sebagai pelarut diharapkan menghasilkan rapat arus rendah sehingga memungkinkan terbentuk nanopartikel. Etanol juga dipilih sebagai pelarut agar tidak terjadi *electroplating* di katode.

METODE PENELITIAN

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian yaitu $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (Aldrich; p.a), etanol (Merck; absolut), dan aquades.

Peralatan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian yaitu gelas kimia 100 mL, elektrode grafit berukuran panjang 5,0 cm dan diameter 0,5 cm, *Power supply* CDC 20, 40, dan 70 V, *amperemeter*, labu takar 100 mL, corong kaca, kaca arloji, pipet tetes, spatula, kabel, aluminium foil, pengaduk magnet, *magnetic stirrer*, neraca analitik Sartorius Element ELT103, seperangkat alat XRD *Powder Cell* (Panalytical X-Pert PRO), seperangkat alat FTIR (Prestige 21, Shimadzu), seperangkat alat SEM (*Type Inspect S50*, FEI), seperangkat alat yang digunakan untuk

permukaan justru menurunkan performansi partikel dalam berbagai aplikasi. Untuk menghindari hal ini, diperlukan suatu tindakan khusus (misalnya pemanasan) untuk menghilangkan surfaktan tersebut.

Sintesis maghemite secara elektrokimia tanpa surfaktan telah dilakukan oleh Park dkk yang menggunakan larutan FeCl_3 sebagai elektrolit dengan baja sebagai elektrode dengan rapat arus $150 - 2000 \text{ mA cm}^{-2}$ [3]. Hasil yang diperoleh adalah partikel maghemite yang berdiameter $7 - 23 \text{ nm}$ yang bersifat feromagnetis yang kemudian diaplikasikan sebagai adsorben dari As (V).

Berdasarkan kedua penelitian di atas, tampak bahwa parameter elektrokimia, seperti jenis dan konsentrasi elektrolit, jenis elektrode, voltase atau rapat arus yang diaplikasikan berpengaruh terhadap produk yang dihasilkan. Parameter-parameter elektrokimia ini, termasuk jarak antar elektrode, juga ditemukan berpengaruh terhadap karakter nanopartikel magnetite (Fe_3O_4) yang dihasilkan dari elektro-oksidasi besi dalam air [6-8]. Itulah sebabnya masih terbuka peluang untuk melakukan studi pengembangan sintesis nanopartikel, khususnya nanopartikel *maghemite*, secara elektrokimia, dengan jalan mengontrol parameter sintesis. Oleh karena itu sangat beralasan bila dilakukan studi tentang "Faktor-faktor yang Mempengaruhi Karakter Nanopartikel $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ pada Sintesis secara Elektrokimia". Sintesis ini memanfaatkan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dalam etanol sebagai elektrolit dan elektrode karbon. Penggunaan etanol sebagai pelarut diharapkan menghasilkan rapat arus rendah sehingga memungkinkan terbentuk nanopartikel. Etanol juga dipilih sebagai pelarut agar tidak terjadi *electroplating* di katode.

METODE PENELITIAN

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian yaitu $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (Aldrich; p.a), etanol (Merck; absolut), dan aquades.

Peralatan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian yaitu gelas kimia 100 mL, elektrode grafit berukuran panjang 5,0 cm dan diameter 0,5 cm, *Power supply* CDC 20, 40, dan 70 V, *amperemeter*, labu takar 100 mL, corong kaca, kaca arloji, pipet tetes, spatula, kabel, aluminium foil, pengaduk magnet, *magnetic stirrer*, neraca analitik Sartorius Element ELT103, seperangkat alat XRD *Powder Cell* (Panalytical X-Pert PRO), seperangkat alat FTIR (Prestige 21, Shimadzu), seperangkat alat SEM (*Type Inspect S50*, FEI), seperangkat alat yang digunakan untuk

penentuan luas permukaan dengan metode BET (Nova 1200, Quantachrome) dan seperangkat alat VSM (*Type* 1.2H VSM, Oxford).

Prosedur

Sintesis Nanopartikel Maghemit

Langkah pertama yang dilakukan adalah sintesis nanopartikel maghemit melalui proses elektrolisis dengan elektrode karbon dalam gelas kimia dengan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 0,02 M dalam etanol sebagai elektrolit. Variasi sel elektrolisis disajikan pada Tabel 1. Elektrolisis dilakukan selama 3 jam. Setelah proses elektrolisis dihentikan, produk hasil sintesis yang berupa endapan pada katode dipisahkan dan dikeringkan dengan oven 40-50°C selama 15 menit. Endapan dipisahkan menggunakan magnet dengan tujuan endapan bersifat magnetis yang dikarakterisasi.

Tabel 1 Variasi Kondisi Sel Elektrolisis pada Proses Sintesis

Jarak (cm) \ Voltase (V)	1	2	3
40			
60			
70			

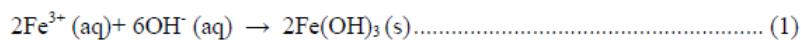
Karakterisasi

Karakterisasi dilakukan melalui analisis:

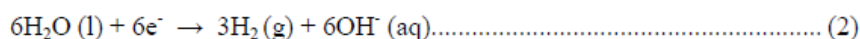
1. XRD, bertujuan mengidentifikasi jenis fasa dan kristalinitas partikel.
2. SEM, bertujuan menentukan morfologi, ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel
3. BET, bertujuan menentukan diameter partikel rata-rata dengan cara mengukur luas permukaan menggunakan metode adsorpsi gas pada bahan yaitu BET. BET didasarkan pada adsorpsi nitrogen pada bahan pada suhu tetap sebagai fungsi tekanan uap relatif.
4. VSM, bertujuan mempelajari kemagnetan partikel.

HASIL DAN PEMBAHASAN

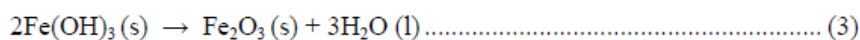
Selama proses sintesis, dilakukan pengamatan terhadap perubahan warna larutan elektrolit. Warna larutan elektrolit berubah dari *orange* jernih menjadi coklat kemerahan menandakan mulai terbentuknya $\text{Fe}(\text{OH})_3$ di sekitar katode dari reaksi antara Fe^{3+} dengan OH^- , sesuai dengan persamaan (1).



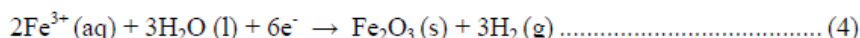
Ion OH^- dihasilkan dari reduksi air yang terkandung pada larutan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$. Persamaan reaksi reduksi air pada katode tersebut diberikan pada persamaan (2).



Terbentuknya gas H_2 ditandai dengan adanya gelembung-gelembung udara pada permukaan katode selama proses elektrolisis berlangsung. Selanjutnya, $\text{Fe}(\text{OH})_3$ yang dihasilkan akan terkonversi membentuk *maghemite*, sesuai dengan persamaan (3).

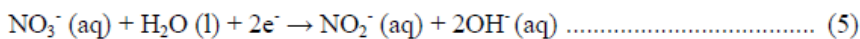


Sehingga secara keseluruhan reaksi pembentukan *maghemite* di katode disajikan pada persamaan reaksi (4).

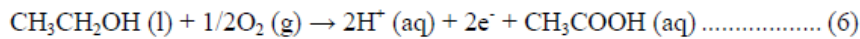


Pembentukan *maghemite* pada proses elektrolisis ditandai dengan berubahnya warna larutan elektrolit menjadi coklat tua dan keruh.

Reaksi lain yang berlangsung pada permukaan katode adalah reaksi reduksi nitrat menjadi nitrit yang juga menghasilkan ion OH^- , disajikan pada persamaan (5).



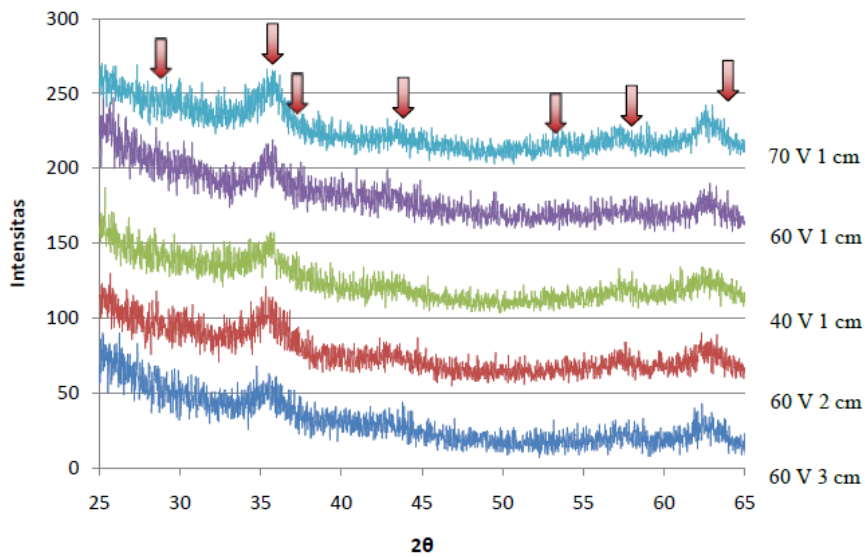
Reaksi pada anode adalah reaksi oksidasi etanol sebagai pelarut, menghasilkan H^+ dan asam karboksilat seperti ditunjukkan oleh persamaan (6).



pH pada daerah sekitar anode adalah 3, hal ini menunjukkan bahwa daerah di sekitar anode bersifat asam sesuai dengan reaksi (6). Reaksi-reaksi yang terjadi pada anode dan katode dimungkinkan seluruhnya terjadi, karena voltase yang diberikan besar.

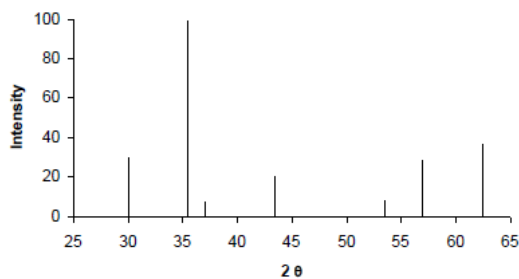
Hasil Analisis XRD

Pola puncak difraksi nanopartikel *maghemite* yang dihasilkan disajikan pada Gambar 2. Pola-pola yang tampak sesuai dengan pola difraksi standar untuk *maghemite* atau $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (JCPDS No. 39-1346), Gambar 3.



Gambar 2 Pola XRD produk $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ Hasil Sintesis Secara Elektrokimia

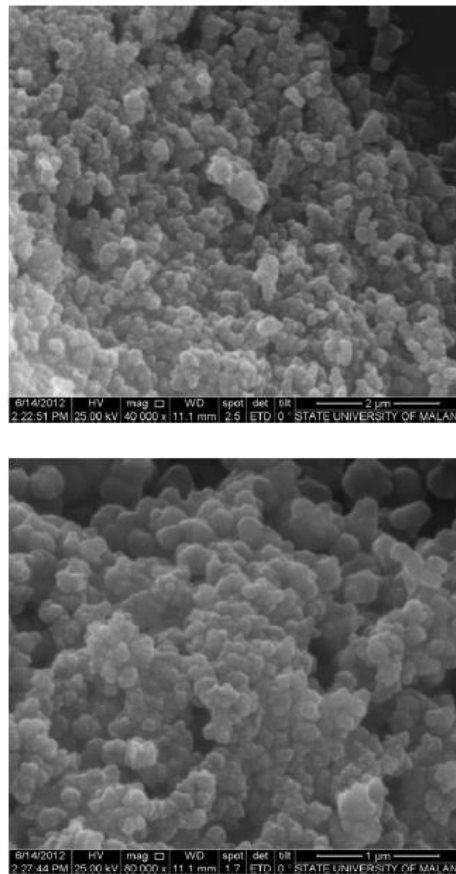
Pola XRD produk sintesis *maghemite* yang dihasilkan sesuai dengan pola standard. Hal ini menunjukkan bahwa hasil sintesis dengan metode elektrokimia sederhana adalah *maghemite* ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Pola difraksi ini sesuai dengan yang diperoleh Park dkk (2008) yang memanfaatkan elektrolit sejenis (larutan FeCl_3 dalam air) sebagai precursor dan baja sebagai elektrode. Intensitas puncak dari sampel yang dihasilkan pada berbagai kondisi hampir sama, karena itu ukuran kristal yang disintesis pada berbagai kondisi menjadi sulit dibandingkan melalui XRD.



Gambar 3 Pola XRD Standar Maghemit (JCPDS No. 39-1346)

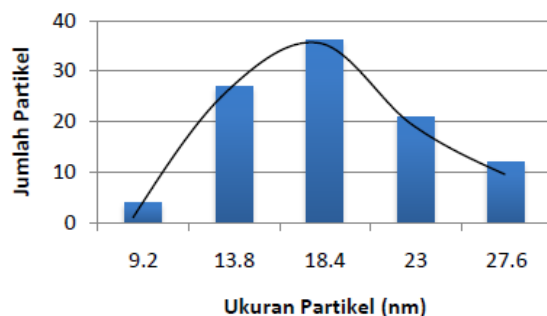
Hasil Analisis SEM

Foto SEM untuk produk $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ yang dihasilkan pada sintesis dengan jarak antar elektrode 2 cm dan voltase 60 V untuk perbesaran 40.000 dan 80.000 kali disajikan pada Gambar 4. Penentuan morfologi, rerata ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel *maghemite* dilakukan dengan menganalisis hasil SEM.



Gambar 4 Foto SEM γ -Fe₂O₃ pada Jarak Antar Elektrode 2 cm dan Voltase 60 V dengan: (a) Perbesaran 40.000 kali dan (b) Perbesaran 80.000 kali

Nanopartikel *maghemite* yang dihasilkan dengan variasi sintesis jarak antar elektrode 2 cm dan voltase 60 V menunjukkan morfologi sferik dan masih *polidisperse* dan *teraglomerasi*. Pada kondisi ini diperoleh rerata ukuran partikel 18,4 nm dan standar deviasi 7,3 nm. Distribusi untuk 100 partikel disajikan dalam Gambar 5. Jika ditinjau dari rerata ukuran partikel yang dihasilkan, *maghemite* telah berukuran nanopartikel, sehingga dapat disimpulkan bahwa nanopartikel *maghemite* dapat disintesis dengan metode elektrokimia sederhana.



Gambar 5 Distribusi Ukuran Partikel $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (Jarak Antar Elektrode 2 cm dan Voltase 60V)

Penentuan diameter partikel rata-rata *maghemite* yang dihasilkan dari sintesis secara elektrokimia dilakukan dengan mengukur luas permukaan spesifik menggunakan metode BET. Setelah luas permukaan spesifik didapatkan, diameter partikel dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Diameter partikel Rata-rata (nm)} = \frac{6}{\rho \times \text{Luas Permukaan Spesifik}}$$

Densitas (ρ) *maghemite* adalah $4,87 \text{ g/cm}^3$. Hasil penentuan diameter rata-rata ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1 Besar Luas Permukaan Spesifik (m^2/g) dan Diameter Partikel Rata-rata (nm) dari Nanopartikel *Maghemite* ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Hasil Sintesis

Voltase (V)	Jarak antar Elektrode (cm)	Luas Permukaan Spesifik (m^2/g)	Diameter Partikel Rata-rata (nm)
40	1	235,473	5,232
60	1	199,083	6,189
60	3	222,089	5,547

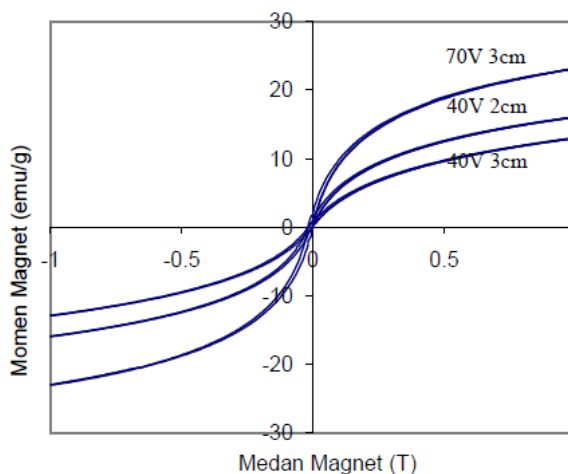
Sampel dengan variasi voltase 40 V dan 60 V dengan jarak antar elektrode yang sama 1 cm, menunjukkan diameter partikel rata-rata 5,232 nm dan 6,189 nm. Makin besar voltase, maka diameter partikel *maghemite* yang dihasilkan makin besar. Makin besar voltase, laju reaksi makin besar karena rapat arus makin besar, nukleasi dan pertumbuhan partikel makin cepat, sehingga diameter partikel makin besar. Jika dibandingkan dengan hasil yang diperoleh oleh Pascal dkk [5], dan juga Park dkk [3], partikel yang diperoleh dalam penelitian ini relatif lebih kecil ukurannya. Kemungkinan penyebabnya adalah pada penelitian ini digunakan medium (etanol) yang memiliki

daya hantar listrik rendah, sedangkan pada penelitian Pascal dkk dan Park digunakan medium dengan daya hantar yang lebih tinggi.

Sampel dengan variasi jarak antar elektrode 1 dan 3 cm dengan voltase yang sama 60 V, menunjukkan bahwa makin dekat jarak antar elektrode, diameter partikel yang dihasilkan lebih besar. Besar arus yang ditransfer per luasan elektrode berpengaruh pada makin banyak elektron yang dilepaskan. Sesuai dengan hukum Coulomb, makin besar arus yang diberikan maka elektron yang ditransmisikan juga makin banyak. Elektron-elektron selanjutnya akan berperan pada reaksi reduksi air di katode yang menghasilkan OH⁻. OH⁻ yang banyak bereaksi dengan ion Fe³⁺ membentuk Fe(OH)₃ dengan lebih cepat. Hal ini menyebabkan nukleasi dan pertumbuhan makin cepat sehingga diameter partikel makin besar.

Hasil Analisis VSM

Penentuan sifat kemagnetan nanopartikel *maghemite*(γ -Fe₂O₃) hasil sintesis secara elektrokimia dilakukan dengan menggunakan alat VSM. Sampel yang ditentukan sifat kemagnetannya hanya perwakilan yaitu sampel yang dihasilkan dengan variasi voltase 40 V pada jarak antar elektrode 2 cm dan 3 cm dan sampel dengan voltase 70 V pada jarak antar elektrode 3 cm. Ketiga sampel tersebut telah mewakili untuk mengetahui pengaruh variasi voltase dan jarak antar elektrode terhadap sifat kemagnetan nanopartikel *maghemite*(γ -Fe₂O₃). Hasil analisis sifat kemagnetan menghasilkan kurva histeresis masing-masing sampel yang ditunjukkan pada Gambar 4.6.



Gambar 6 Kurva Magnetisasi γ -Fe₂O₃ pada Voltase 40 V dan 70 V dengan Jarak antar Elektrode 2 cm dan 3 cm

Kurva histeresis yang dihasilkan menunjukkan perbedaan nilai M_s untuk sampel dengan variasi kondisi sintesis menggunakan voltase yang sama 40 V dan jarak antar elektrode yang

berbeda 2 cm dan 3 cm. Makin kecil jarak antar elektrode 2 cm, nilai M_s lebih besar yaitu 16,06 emu/g dan sebaliknya makin lebar jarak antar elektrode 3 cm, nilai M_s yang dihasilkan lebih kecil yaitu 12,96 emu/g. Perbedaan nilai M_s pada sampel disebabkan adanya perbedaan ukuran partikel *maghemite* yang dihasilkan. Ukuran partikel dari kedua sampel dapat dilihat pada perbedaan variasi jarak antar elektrode pada proses sintesis. Makin kecil jarak antar elektrode, makin besar ukuran partikel yang dihasilkan dan sebaliknya makin besar jarak antar elektrode, makin kecil ukuran partikel yang dihasilkan. Sampel dengan ukuran partikel yang lebih besar, menyebabkan makin banyak jumlah domain dalam kristal. Makin banyak domain yang disearahkan, sehingga bahan menjadi lebih sulit termagnetisasi, yang ditunjukkan dengan nilai M_s yang lebih besar. Makin kecil ukuran kristal, maka makin kecil nilai M_s dan makin mudah termagnetisasi.

Sampel dengan variasi voltase 70 V dan jarak antar elektrode 3 cm menunjukkan nilai M_s yang lebih besar yaitu 23,13 emu/g dibandingkan dengan sampel dengan jarak antar elektrode yang sama tetapi voltase berbeda 40 V. Sampel dengan voltase besar akan menghasilkan ukuran partikel yang lebih besar, sehingga lebih sulit termagnetisasi dengan nilai M_s yang besar dan sebaliknya sampel dengan voltase kecil akan menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil, sehingga mudah termagnetisasi yang ditunjukkan dengan nilai M_s yang kecil. Besar medan saturasi (M_s) pada masing-masing sampel dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2 Besar Medan Saturasi (M_s) dari Beberapa Nanopartikel Maghemite ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) Hasil Sintesis

Voltase (V)	Jarak antar Elektrode (cm)	M_s (emu/g)
40	2	16,06
40	3	12,96
70	3	23,13

Jika dibandingkan dengan hasil yang didapatkan oleh Park dkk kemagnetan partikel yang diperoleh dalam penelitian ini relatif lebih rendah [3]. Maghemite dengan ukuran 23,5 nm yang disintesis Park dkk menunjukkan M_s sebesar 60 emu g⁻¹. Perbedaan ukuran partikel menjadi penyebab perbedaan kemagnetan ini. Kesamaan hasil penelitian ini dengan yang diperoleh Park dkk adalah diperolehnya partikel yang bersifat feromagnetis.

KESIMPULAN

Karakter nanopartikel maghemite dipengaruhi oleh voltase dan jarak antar elektrode, semakin besar voltase dan semakin kecil jarak antar elektrode, semakin besar ukuran partikel yang dihasilkan. Nanopartikel maghemite yang dihasilkan bermorfologi bola, berukuran rata-rata sekitar 18nm dan bersifat feromagnetik. Nanopartikel yang disintesis pada 40 V dengan jarak antar elektrode 1cm menunjukkan luas permukaan spesifik 235,473m²/g. Cara ini merupakan cara sederhana dalam memproduksi nanopartikel, khususnya maghemite.

DAFTAR PUSTAKA

- Cornell, R.M., Schwertmann, U., 2003, *The Iron Oxides*, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KgaA.
- Teja, A.S. & Koh, P.Y. 2009. Synthesis, properties, and applications of magnetic iron oxide nanoparticles. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, 55: 22-45.
- Park, H., Ayala, P., Deshusses, M.A., Mulchandani, A., Choi, H., Myung, N.V., 2008. Electrodeposition of maghemite (γ -Fe₂O₃) nanoparticles, *Chemical Engineering Journal*, 139, pp. 208-212.
- Mohapatra, M., & Anand, S., 2010. Synthesis and applications of nano-structured iron oxides/hydroxides-a review. *International Journal of Engineering, Science and Technology*, 2 (8): 127-146.
- Pascal, C., Pascal, J.L., Favier, F., 1999. Electrochemical Synthesis for the Control of γ -Fe₂O₃ Nanoparticle Size, Morphology, Microstructure, and Magnetic Behavior, *Chem. Mater.*, 11, pp. 141-147.
- Fajaroh, F., Setyawan, H., Winardi, S., Widiyastuti, W., 2012, Synthesis of magnetite nanoparticles by surfactant-free electro-chemical method in an aqueous system *Advanced Powder Technology*, 23, pp. 328-333.
- Setyawan, H., Fajaroh, F., Winardi, S., Widiyastuti, W., Lenggono, W., 2012, One-step synthesis of silica-coated magnetite nanoparticles by electrooxidation of iron in sodium silicate solution *Journal of Nanoparticles Research*, 14, 807 doi 10.1007/s11051-012-0807-7.
- Setyawan, H., Fajaroh, F., Pusfitasari, M., Yuwana, M., Afandi, S., 2014, A facile method to prepare high-purity magnetite nanoparticles by electrooxidation of iron in water using a pulsed direct current *Asia-Pac. J. Chem. Eng.* 9: pp. 768-774.