



TESIS SF-092006

**ANALISIS STRUKTUR HASIL PELAPISAN Fe_3O_4
PADA SUBSTRAT LOGAM TEMBAGA DENGAN
METODA *SPIN-COATING***

MACHIDA NURUL KHOLISHOH
NRP. 1111201704

DOSEN PEMBIMBING
Prof. Dr. Darminto

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN BAHAN
JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015



THESIS SF-092006

**MICROSCOPICALLY STRUCTURAL EXAMINATION
OF Fe₃O₄ NANOPARTICLES SPIN-COATED ONTO
Cu SUBSTRATE**

MACHIDA NURUL KHOLISHOH
NRP 1111201704

ADVISOR
Prof. Dr. Darminto

MAGISTER PROGRAM
FIELD OF MATERIAL SCIENCE
PHYSICS DEPARTEMENT
FACULTY of MATHEMATIC and NATURAL SCIENCE
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TEKNOLOGY
SURABAYA
2015

Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Sains (M.Si)

di
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

oleh:
Machida Nurul Kholishoh
Nrp. 1111201704

Tanggal Ujian: 29 Juni 2015
Periode Wisuda: Maret 2016

Disetujui oleh:

1. Prof. Dr. Darminto

NIP: 19600303 189701 1 002

2. Prof. Eddy Yahya, Ph.D

NIP: 19471126 197210 1 001

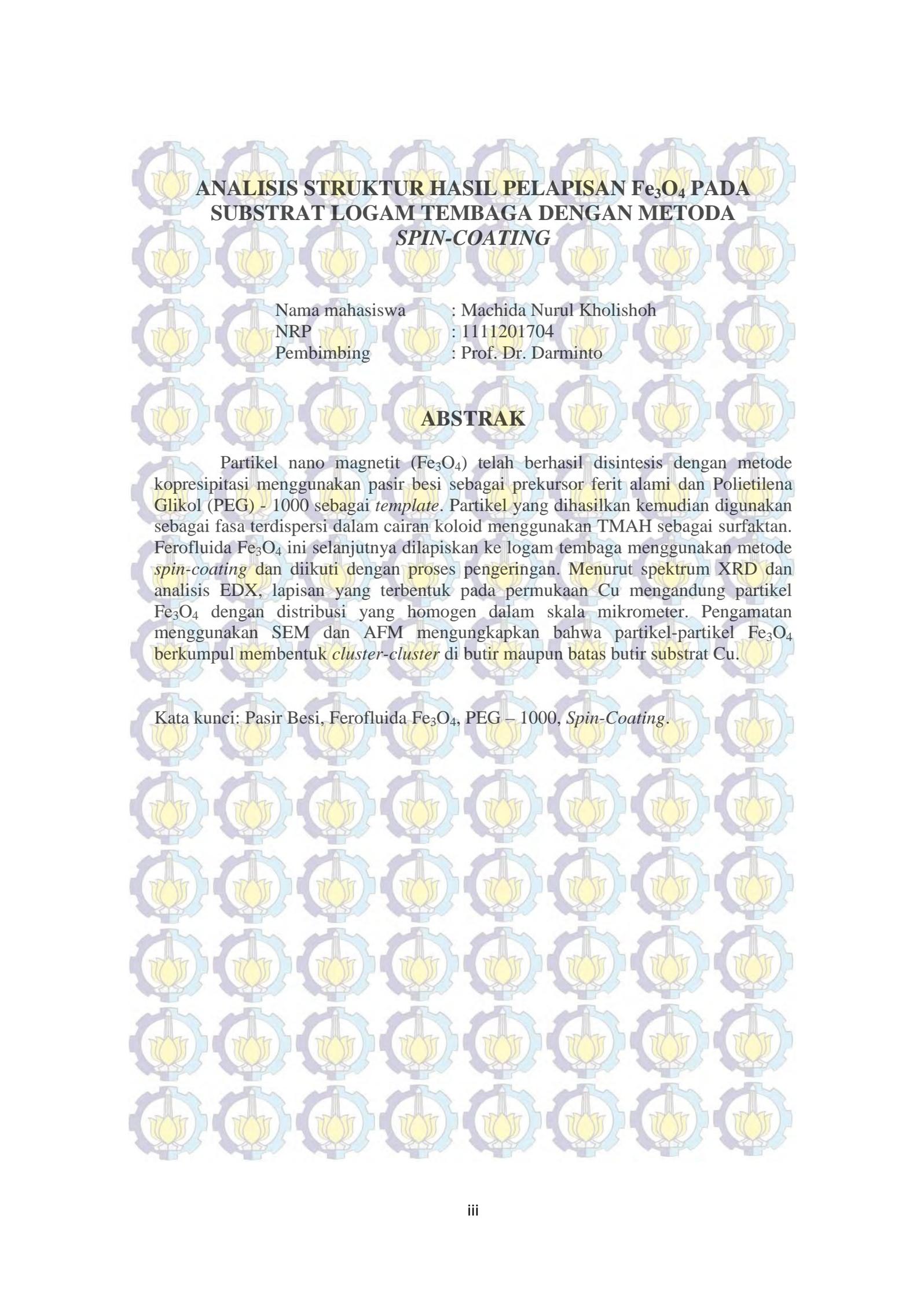
3. Dr. M. Zainuri

NIP: 19640130 199002 1 001

Direktur Program Pascasarjana,

Prof. Dr. Djauhar Manfaat, M.Sc., Ph.D

NIP: 19601202 198701 1 001



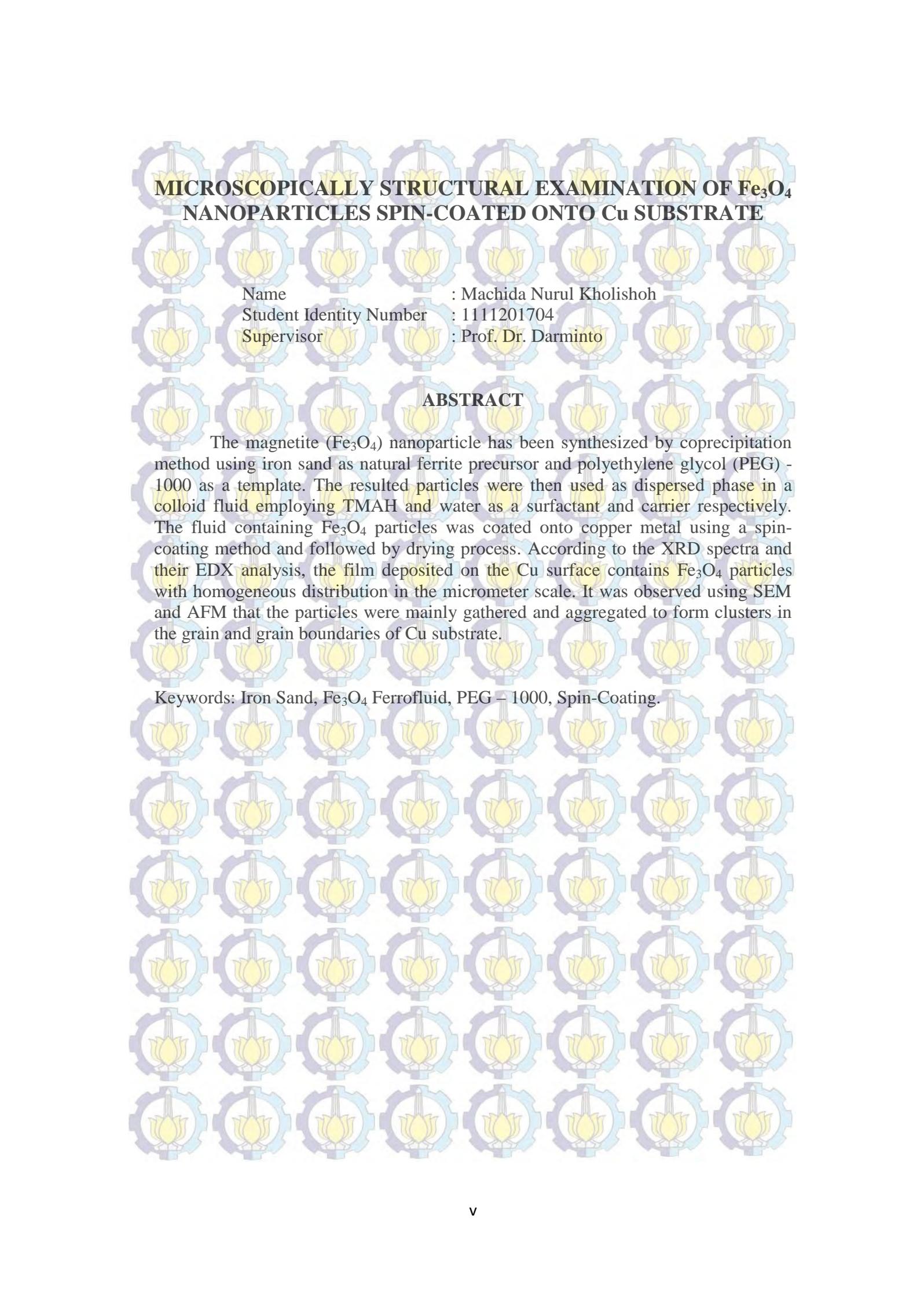
ANALISIS STRUKTUR HASIL PELAPISAN Fe_3O_4 PADA SUBSTRAT LOGAM TEMBAGA DENGAN METODA *SPIN-COATING*

Nama mahasiswa : Machida Nurul Kholishoh
NRP : 1111201704
Pembimbing : Prof. Dr. Darminto

ABSTRAK

Partikel nano magnetit (Fe_3O_4) telah berhasil disintesis dengan metode kopresipitasi menggunakan pasir besi sebagai prekursor ferit alami dan Polietilena Glikol (PEG) - 1000 sebagai *template*. Partikel yang dihasilkan kemudian digunakan sebagai fasa terdispersi dalam cairan koloid menggunakan TMAH sebagai surfaktan. Ferofluida Fe_3O_4 ini selanjutnya dilapiskan ke logam tembaga menggunakan metode *spin-coating* dan diikuti dengan proses pengeringan. Menurut spektrum XRD dan analisis EDX, lapisan yang terbentuk pada permukaan Cu mengandung partikel Fe_3O_4 dengan distribusi yang homogen dalam skala mikrometer. Pengamatan menggunakan SEM dan AFM mengungkapkan bahwa partikel-partikel Fe_3O_4 berkumpul membentuk *cluster-cluster* di butir maupun batas butir substrat Cu.

Kata kunci: Pasir Besi, Ferofluida Fe_3O_4 , PEG – 1000, *Spin-Coating*.



MICROSCOPICALLY STRUCTURAL EXAMINATION OF Fe_3O_4 NANOPARTICLES SPIN-COATED ONTO Cu SUBSTRATE

Name : Machida Nurul Kholishoh
Student Identity Number : 1111201704
Supervisor : Prof. Dr. Darminto

ABSTRACT

The magnetite (Fe_3O_4) nanoparticle has been synthesized by coprecipitation method using iron sand as natural ferrite precursor and polyethylene glycol (PEG) - 1000 as a template. The resulted particles were then used as dispersed phase in a colloid fluid employing TMAH and water as a surfactant and carrier respectively. The fluid containing Fe_3O_4 particles was coated onto copper metal using a spin-coating method and followed by drying process. According to the XRD spectra and their EDX analysis, the film deposited on the Cu surface contains Fe_3O_4 particles with homogeneous distribution in the micrometer scale. It was observed using SEM and AFM that the particles were mainly gathered and aggregated to form clusters in the grain and grain boundaries of Cu substrate.

Keywords: Iron Sand, Fe_3O_4 Ferrofluid, PEG – 1000, Spin-Coating.

KATA PENGANTAR

Segala puji syukur kepada Allah SWT karena dengan rahmat dan hidayahNya sehingga laporan tesis ini dapat selesai. Laporan tesis ini tidak dapat diselesaikan dengan baik tanpa bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih yang setulus-tulusnya kepada:

1. Bapak Dr. Yono Hadi Purnomo selaku Kepala Jurusan Fisika FMIPA ITS.
2. Bapak Prof. Dr. Darminto selaku pembimbing.
3. Bapak Prof. Ir. Eddy Yahya, Ph.D dan Dr. M. Zainuri selaku dosen penguji.
4. Seluruh dosen dan staf tata usaha Jurusan Fisika ITS atas bantuan yang telah diberikan.
5. Seluruh keluarga yang selalu mendoakan dan memberi motivasi.
6. Teman-teman di ITS secara umum dan teman-teman di Jurusan Fisika ITS baik S1 maupun S2 pada khususnya.
7. Semua pihak yang telah membantu dalam penulisan laporan tesis ini yang tidak dapat disebutkan satu-persatu.

Dalam penyusunan laporan tesis ini tentunya masih banyak kekurangan sehingga penulis berharap adanya kritik dan saran yang bermanfaat untuk menyempurnakannya.

Akhir kata penulis berharap semoga laporan tesis ini bermanfaat.

Surabaya, 29 Juni 2015

Machida Nurul Kholishoh

	DAFTAR ISI	
LEMBAR PENGESAHAN		i
ABSTRAK		iii
ABSTRACT		v
KATA PENGANTAR		vii
DAFTAR ISI		ix
DAFTAR GAMBAR		xi
DAFTAR LAMPIRAN		xv
BAB 1 PENDAHULUAN		
1.1 Latar Belakang		1
1.2 Perumusan Masalah		2
1.3 Tujuan Penelitian		2
1.4 Batasan Masalah		3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA		
2.1 Pasir Besi di Indonesia		5
2.2 Polietilena Glikol (PEG) - 1000		7
2.3 Ferrofluida Magnetit (Fe_3O_4)		9
2.4 Pelapisan dengan Metoda <i>Spin-Coating</i>		13
BAB 3 METODA PENELITIAN		
3.1 Peralatan dan Bahan		17
3.1.1 Peralatan		17
3.1.2 Bahan		17
3.2 Prosedur Kerja		18
3.2.1 Sintesis Partikel Nano Fe_3O_4 Tanpa Penambahan PEG – 1000		18
3.2.2 Sintesis Partikel Nano Fe_3O_4 dengan Penambahan PEG – 1000		20
3.2.3 Pelapisan Ferrofluida pada Logam Tembaga		22
3.3 Metoda Analisis Data		24
3.3.1 Karakterisasi XRD		24

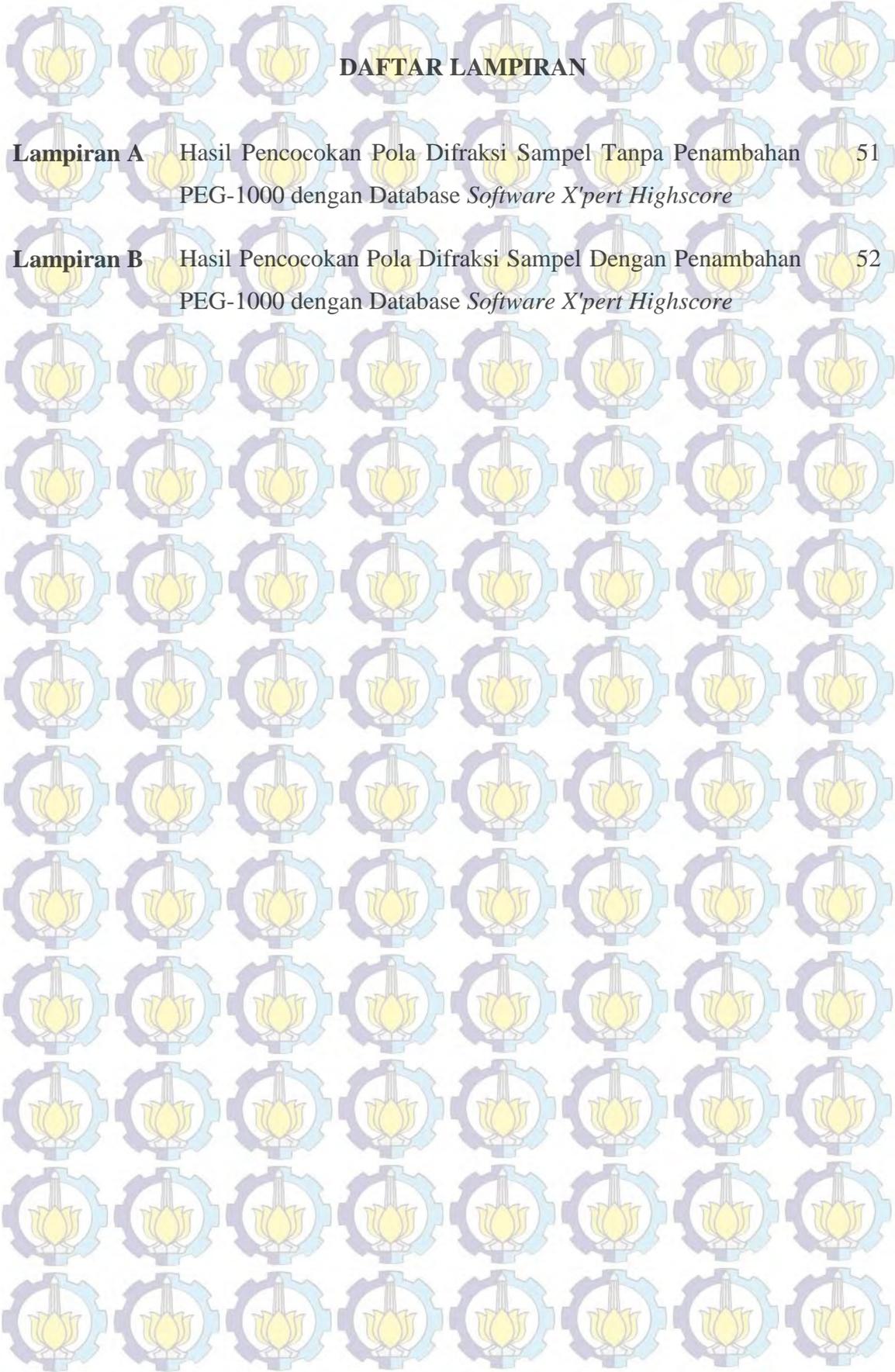
3.3.2	Karakterisasi Struktur Permukaan	26
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Analisis Serbuk Hasil Sintesis	29
4.2	Analisis Pengaruh Penambahan PEG – 1000 pada Hasil Pelapisan	32
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN		
5.1	Kesimpulan	45
5.2	Saran	46
DAFTAR PUSTAKA		47
LAMPIRAN		51

DAFTAR GAMBAR

- Gambar 2.1** a) Salah satu penambangan pasir di Kecamatan Pasirian Kabupaten Lumajang, Jawa Timur yang nantinya dapat diekstrak menjadi pasir besi, b) pasir besi bila dikenai medan magnet 5
- Gambar 2.2** Pola difraksi sinar-X pasir besi yang berasal dari Kabupaten Lumajang, Jawa Timur 6
- Gambar 2.3** Struktur Polietilen Glikol (PEG) 7
- Gambar 2.4** Hasil SEM *nanorod* dan *nanowire* Fe_3O_4 yang disintesis dengan penambahan a) PEG-1000, b) PEG-20.000, dan c) PEG-400 8
- Gambar 2.5** Hasil TEM partikel Fe_3O_4 a) tanpa PEG-1000 dan penambahan PEG-1000, b) 1:1, c) 1:2, d) 1:4 9
- Gambar 2.6** Penggunaan tinta magnetik dalam pencetakan uang kertas dolar USA 10
- Gambar 2.7** Sketsa ferrofluida terlapisi surfaktan dengan a) lapisan tunggal pada medium non polar, b) lapisan ganda pada medium polar 11
- Gambar 2.8** Sketsa ferrofluida ionik dengan a) ferrofluida asam, b) ferrofluida basa (alkali) dalam medium H_2O ; TAM^+OH^- adalah Tetrametil Amonium Hidroksida 11
- Gambar 2.9** Ferrofluida yang tertarik ke atas oleh magnet melawan gravitasi bumi dan terjadi pola-pola paku (*spike*) 12
- Gambar 2.10** Tahapan proses pelapisan *spin-coating* 13
- Gambar 2.11** Hasil SEM lapisan tipis CeO_2 di atas monokristal SrTiO_3 14
- Gambar 2.12** Struktur permukaan hasil pelapisan ferrofluida Fe_3O_4 pada aluminium menggunakan AFM 15
- Gambar 2.13** Pola umum dari berbagai parameter proses pemutaran dalam proses *spin-coating* 16

Gambar 3.1	Diagram alir persiapan pasir besi sebagai bahan dasar sintesis partikel nano Fe ₃ O ₄	18
Gambar 3.2	Diagram alir sintesis partikel nano Fe ₃ O ₄ dari pasir besi dengan penambahan PEG-1000 maupun tanpa penambahan PEG-1000	20
Gambar 3.3	Tahapan sintesis partikel Fe ₃ O ₄ a) proses penimbangan pasir besi, b) penambahan HCl, c) pencampuran larutan dengan PEG-1000, d) penambahan NH ₄ OH, e) proses pencucian, f) proses pengeringan di dalam oven, g) penambahan TMAH, h) ferrofluida Fe ₃ O ₄	21
Gambar 3.4	Tahapan pelapisan ferrofluida Fe ₃ O ₄ pada logam Al dan Cu a) proses <i>grinding</i> , b) proses <i>polishing</i> , c) proses etsa, d) proses pengeringan permukaan logam Cu, e) pengujian menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 500×, f) proses pencucian menggunakan <i>ultrasonic cleaner</i> , g) alat <i>spin-coating</i> , h) hasil pelapisan ferrofluida Fe ₃ O ₄ pada logam Cu	23
Gambar 3.5	Diagram alir pelapisan ferrofluida Fe ₃ O ₄ pada substrat tembaga dengan dan tanpa penambahan PEG-100	24
Gambar 3.6	Seperangkat peralatan <i>X-Ray Diffractometer</i> tipe JEOL-3530 Shimadzu	25
Gambar 3.7	Seperangkat peralatan <i>Atomic Force Microscopy</i> (AFM) yang berada di Laboratorium Studi Energi dan Rekayasa - Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat - ITS	26
Gambar 3.8	Seperangkat peralatan SEM EVO® MA 10 yang juga dilengkapi dengan <i>Quantax Energy Dispersive X-ray (EDX) Detector</i> dari Bruker untuk analisis mikro	27
Gambar 4.1	Pola difraksi sinar-X dari partikel nano Fe ₃ O ₄ yang disintesis dengan dan tanpa penambahan PEG-1000	30
Gambar 4.2	Distribusi ukuran kristal Fe ₃ O ₄ dari sampel yang disintesis dengan dan tanpa penambahan PEG-1000	31
Gambar 4.3	Struktur mikro penampang melintang substrat tembaga menggunakan SEM dengan perbesaran 3500× a) sebelum	33

	proses pelapisan ferrofluida Fe_3O_4 , b) setelah proses pelapisan ferrofluida Fe_3O_4	
Gambar 4.4	Morfologi permukaan substrat tembaga menggunakan SEM a) sebelum dilapisi ferrofluida Fe_3O_4 dengan perbesaran 3500 \times , b) sebelum dilapisi ferrofluida Fe_3O_4 menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 500 \times , c) hasil pelapisan ferrofluida Fe_3O_4 tanpa penambahan PEG-1000, d) setelah proses pelapisan ferrofluida Fe_3O_4 dengan penambahan PEG-1000	34
Gambar 4.5	Mikrografi 2D dan 3D permukaan tembaga yang dilapisi partikel Fe_3O_4 yang disintesis a) tanpa penambahan PEG-1000, b) dengan penambahan PEG-1000	36
Gambar 4.6	Struktur permukaan tembaga pada area 10 μm x 10 μm yang dilapisi partikel Fe_3O_4 yang disintesis a) tanpa penambahan PEG-1000, b) dengan penambahan PEG-1000	37
Gambar 4.7	Struktur permukaan tembaga pada area 5 μm x 5 μm yang dilapisi partikel Fe_3O_4 yang disintesis a) tanpa penambahan PEG-1000, b) dengan penambahan PEG-1000	38
Gambar 4.8	Analisis SEM-EDX permukaan sampel a) tanpa penambahan PEG-1000 dengan perbesaran 1000x, b) dengan penambahan PEG-1000 dengan perbesaran 3500x	39
Gambar 4.9	Profil sebaran partikel Fe_3O_4 pada permukaan logam tembaga a) tanpa penambahan PEG-1000, b) dengan penambahan PEG-1000	40
Gambar 4.10	Analisis permukaan substrat yang telah dilapisi partikel nano Fe_3O_4 tanpa penambahan PEG-1000 menggunakan SEM-EDX dengan perbesaran 2000x serta profil persebarannya	41



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A Hasil Pencocokan Pola Difraksi Sampel Tanpa Penambahan PEG-1000 dengan Database *Software X'pert Highscore* 51

Lampiran B Hasil Pencocokan Pola Difraksi Sampel Dengan Penambahan PEG-1000 dengan Database *Software X'pert Highscore* 52

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Negara Indonesia dikaruniai sumber daya alam yang melimpah. Salah satunya adalah pasir yang ditambang secara besar-besaran dengan menggunakan alat berat pengeruk pasir. Pada tahun 2007 pasir Indonesia dijual ke Singapura untuk mereklamasi pantainya sehingga negara pulau itu bertambah 120 km² dari luas semula (<http://news.liputan6.com>, 1 Mei 2013: pukul 09.29). Jadi pasir Indonesia hanya dinilai sebagai tanah uruk (*land-fill*) dan karena dibeli secara borongan dalam partai besar maka harganya sangat murah. Padahal jika dapat dikelola dengan baik pasir tersebut dapat digunakan sebagai bahan baku untuk sintesis partikel nano magnetik karena memiliki kadar besi yang mencapai 60 persen untuk pasir yang berasal dari Kabupaten Lumajang Jawa Timur yang merupakan kawasan dengan cadangan pasir besi terbesar dan kualitas terbaik di Indonesia (<http://www.tempo.co>, 29 April 2013: pukul 16.21).

Secara umum karakter pasir besi di Kabupaten Lumajang yang terbentang di pesisir pantai selatan selain mempunyai kadar besi juga mengandung berbagai bahan pengotor seperti Titanium (Ti), Vanadium (V), Nikel (Ni), dan Cobalt (Co). Bahan pengotor tersebut menyebabkan pasir besi tidak efisien jika diolah menjadi besi baja yang merupakan bahan baku vital dalam dunia industri (<http://www.lumajang.go.id>, 1 Mei 2013: pukul 10.07). Oleh karena itu, perlu adanya terobosan teknologi yang tepat untuk mengolahnya. Berdasarkan hasil pengujian XRD (*X-Ray Diffraction*) pada penelitian yang dilakukan di tahun 2010, pasir besi yang berasal dari Kecamatan Pasirian Lumajang memiliki kandungan 64,15 % fasa magnetit (Fe_3O_4) (Perdana, 2010). Hal ini dapat dimanfaatkan sebagai bahan prekursor ferofluida Fe_3O_4 yang dapat dimanfaatkan dalam banyak bidang antara lain aplikasi dari segi termal dalam *loudspeaker* (Odenbach, 2003), dari segi mekanik sebagai ferofluida *seal* (Sreedhar dkk., 2013) ataupun sebagai *shock absorber* (Milecki dkk., 2012) serta aplikasi dalam dunia

obat-obatan (Aurich dkk., 2007) dan juga sebagai *drug targeting* (Gitter dkk., 2011) serta MRI (*Magnetic Resonance Imaging*) (Ahmadi dkk., 2013) hingga penggunaan sebagai tinta magnetik dalam pencetakan uang kertas dolar USA (Berger dkk., 1999).

Dalam penelitian ini, ferrofluida magnetit (Fe_3O_4) disintesis dari bahan dasar pasir besi yang berasal dari Kecamatan Pasirian Lumajang. Metoda kopresipitasi digunakan untuk menghasilkan partikel Fe_3O_4 yang mempunyai ukuran kristal kurang dari 100 nm yaitu salah satu teknik presipitasi secara kimia yang memungkinkan zat melarut dan mengendap disertai dengan penambahan polietilena glikol (PEG)-1000 sebagai *template*. Ferrofluida Fe_3O_4 yang terbentuk kemudian dilapiskan pada logam tembaga menggunakan metoda *spin-coating*. Karakterisasi sampel dilakukan dengan menggunakan perangkat *X-Ray Diffraction* (XRD), *Atomic Force Microscopy* (AFM), *Scanning Electron Microscope* (SEM) serta *Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy* (EDX).

1.2 Perumusan Masalah

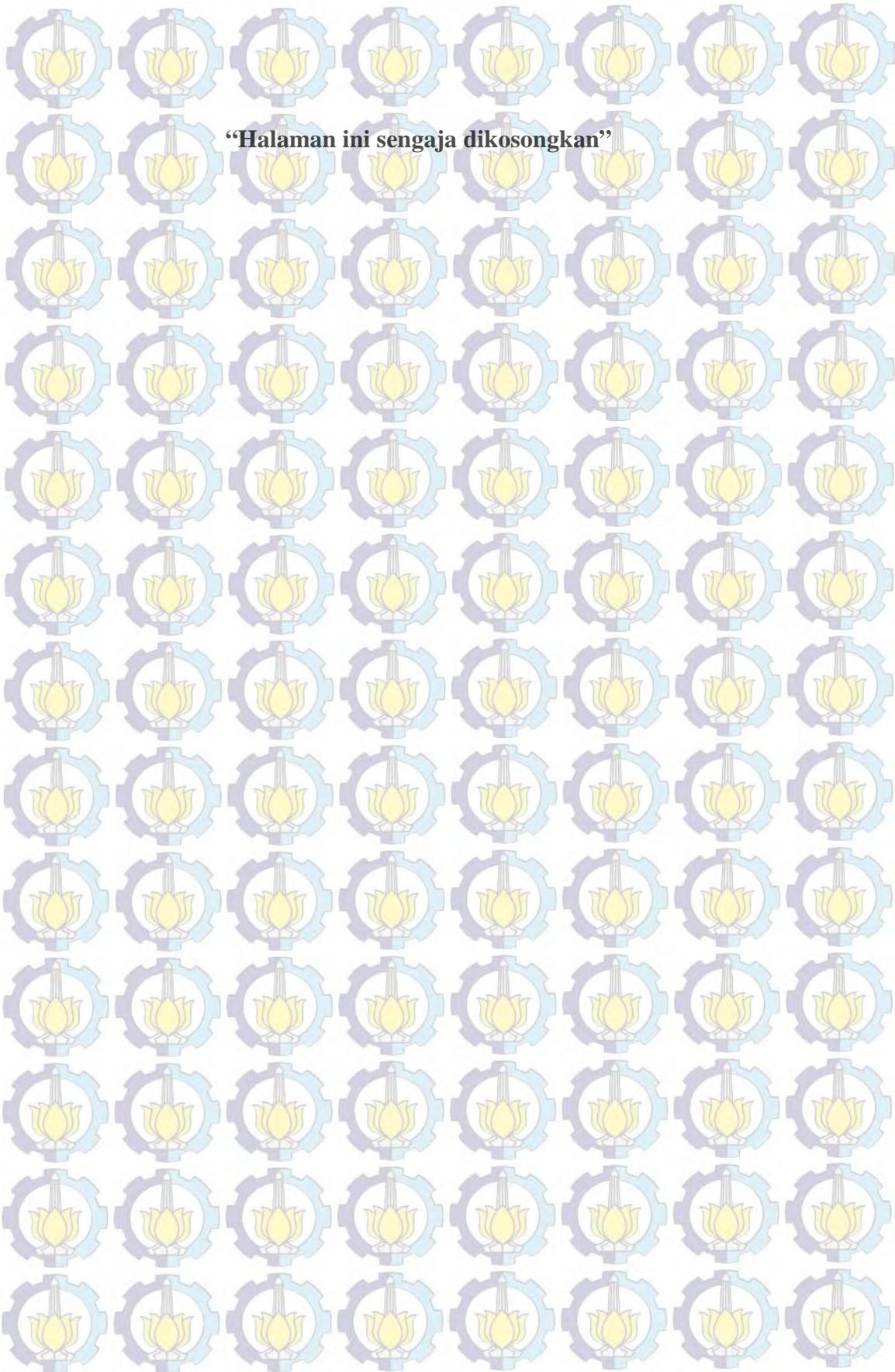
Permasalahan pada penelitian ini meliputi bagaimana pengaruh pelapisan partikel magnetit (Fe_3O_4) dengan penambahan polietilena glikol (PEG)-1000 pada logam tembaga, bagaimana struktur permukaan substrat setelah dilapisi partikel Fe_3O_4 dengan penambahan PEG-1000 serta bagaimana penyebaran partikel Fe_3O_4 pada permukaan logam tembaga.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini antara lain untuk menganalisis pengaruh pelapisan partikel magnetit (Fe_3O_4) dengan penambahan polietilena glikol (PEG)-1000 pada logam tembaga, menganalisis struktur permukaan substrat setelah dilapisi partikel Fe_3O_4 dengan penambahan PEG-1000 serta menganalisis penyebaran partikel Fe_3O_4 pada permukaan logam tembaga.

1.4. Batasan Masalah

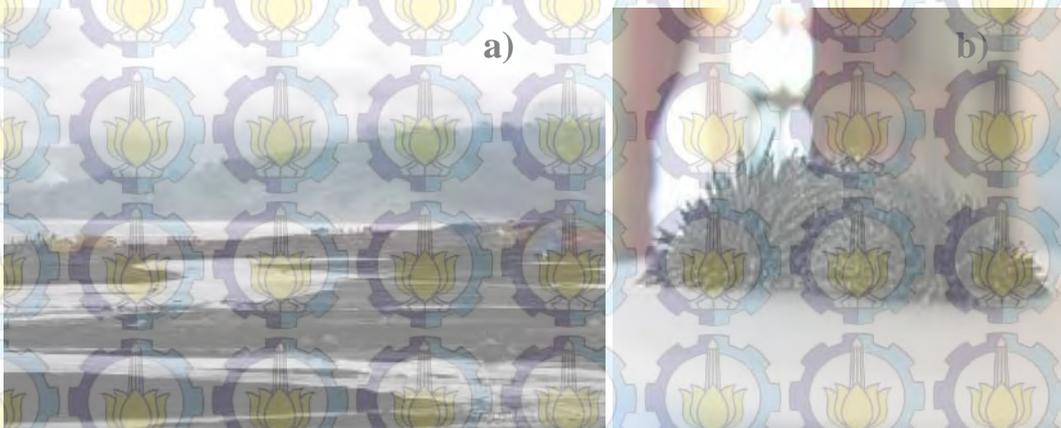
Agar permasalahan yang dibahas dalam penelitian ini tidak terlalu luas maka peneliti memberi batasan bahwa partikel nano Fe_3O_4 yang dipakai pada penelitian ini disintesis dari pasir besi yang berasal dari Kecamatan Pasirian Lumajang dengan menggunakan metoda kopresipitasi. Ferrofluida Fe_3O_4 dengan penambahan polietilena glikol (PEG)-1000 dibuat dengan menambahkan surfaktan Tetrametil Amonium Hidroksida (TMAH) dan metoda pelapisannya pada logam menggunakan metoda *spin-coating*. Sedangkan logam yang digunakan sebagai substrat adalah tembaga dengan kecepatan perputaran 3000 rpm selama 30 detik. Karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Atomic Force Microscopy* (AFM), *Scanning Electron Microscope* (SEM) serta *Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy* (EDX).



BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

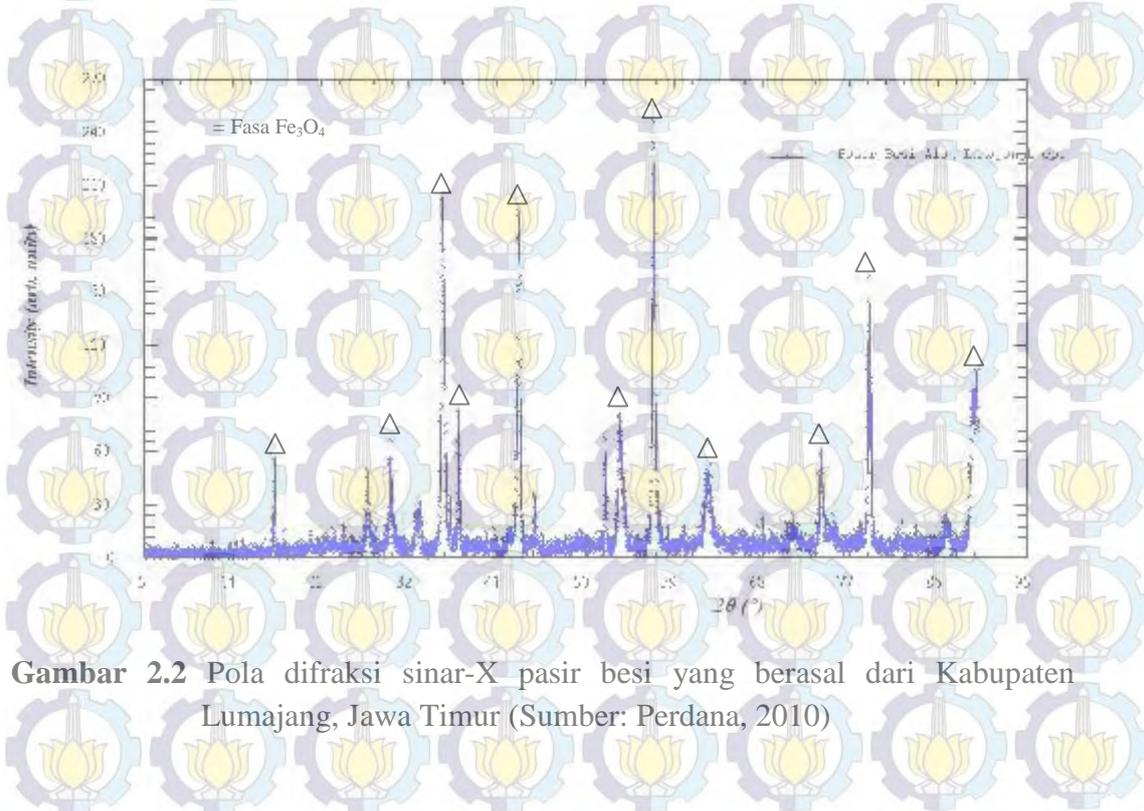
2.1 Pasir Besi di Indonesia

Di Indonesia, pasir adalah salah satu bahan tambang yang banyak digunakan dan mudah ditambang. Pasir biasanya ditambang di pesisir pantai dan sungai-sungai di bawah gunung berapi. Melimpahnya kandungan pasir di Indonesia membuat harga pasir sangat murah dan umumnya banyak digunakan hanya sebagai bahan bangunan baik sebagai campuran semen maupun sebagai tanah uruk (*land-fill*), bahkan Indonesia dikenal sebagai negara pengekspor pasir. Padahal pasir Indonesia memiliki kadar besi yang besar yaitu mencapai 60 persen untuk pasir yang berasal dari Kabupaten Lumajang Jawa Timur (<http://www.tempo.co>, 29 April 2013: pukul 16.21). Pasir dengan kandungan besi ini kemudian dikenal dengan nama pasir besi (*iron sand*) seperti dapat dilihat pada Gambar 2.1. Nilai jual pasir besi ini masih dapat jauh lebih ditingkatkan lagi dengan cara mengekstrak Fe_3O_4 dan kemudian mensistesisnya menjadi partikel berukuran nanometer.



Gambar 2.1 a) Salah satu penambangan pasir di Kecamatan Pasirian Kabupaten Lumajang, Jawa Timur yang nantinya dapat diekstrak menjadi pasir besi, b) pasir besi bila dikenai medan magnet (Sumber: <http://en.wikipedia.org/wiki/Ironsand>; 11 November 2013: pukul 11.25)

Pasir besi pada umumnya mempunyai komposisi utama besi oksida (Fe_2O_3 dan Fe_3O_4) dan silikon oksida (SiO_2) serta senyawa-senyawa lain, yaitu Fe, Ni, dan Zn dengan kadar yang lebih kecil (Taufiq dkk., 2008). Contoh hasil pengujian kandungan pasir Lumajang menggunakan XRD dapat dilihat pada Gambar 2.2. Pasir di daerah Lumajang terkenal memiliki kandungan Fe_3O_4 yang cukup tinggi. Pada penelitian yang dilakukan oleh Perdana pada tahun 2010 telah dilakukan uji XRD menggunakan alat *Philips X-Pert Multi Purpose Diffractometer System* dengan panjang gelombang λ 1,54056 Å guna mengetahui fasa Fe_3O_4 yang terkandung di dalam pasir besi yang berasal dari Lumajang. Gambar 2.2 menunjukkan pola difraksi sinar-X dari pasir besi tersebut. Berdasarkan analisis kuantitatif dan kualitatif menggunakan program *search match* dapat diketahui bahwa pasir besi dari daerah Lumajang yang selanjutnya akan digunakan sebagai bahan dasar pembuatan partikel nano Fe_3O_4 , mengandung hampir 64,15 % Fe_3O_4 dengan kemungkinan impuritasnya adalah Titanium (Ti), Vanadium (V), Nikel (Ni), dan Cobalt (Co). Sejumlah pemanfaatan pasir besi dalam bidang penelitian khususnya material nano yang telah dilakukan adalah dalam pembuatan ferrofluida, ferogel, maupun dalam bentuk serbuk berukuran nano.



Gambar 2.2 Pola difraksi sinar-X pasir besi yang berasal dari Kabupaten Lumajang, Jawa Timur (Sumber: Perdana, 2010)

2.2 Polietilena Glikol (PEG) - 1000

Polietilena glikol (PEG), juga dikenal sebagai poli(etilena oksida) (PEO), *polyoxyethylene* (POE). PEG, PEO atau POE merujuk pada sebuah oligomer atau polimer etilen oksida. Tiga nama yang identik secara kimiawi, tetapi secara historis PEG cenderung untuk merujuk pada oligomers dan polimer dengan massa molekul di bawah 20.000 g/mol, PEO untuk polimer dengan massa molekul di atas 20.000 g/mol, dan POE untuk polimer dengan beberapa massa molekul. PEG dan PEO adalah cairan atau padat yang mencair pada temperatur rendah, bergantung pada berat molekul. PEG dibuat melalui polimerisasi etilen oksida dan secara komersial tersedia dalam berbagai berat molekul dari 300 g/mol hingga 10.000.000 g/mol. Sementara PEG dan PEO dengan berat molekul yang berbeda digunakan dalam aplikasi yang berbeda dan memiliki sifat-sifat fisik yang berbeda (misalnya, viskositas) karena panjang rantai efek, sifat kimia mereka hampir identik. Berbagai bentuk PEG juga tersedia bergantung pada inisiator yang digunakan untuk proses polimerisasi. Yang paling umum merupakan *11tai eter monofunctional PEG (methoxypoly (ethylene glycol))*, disingkat MPEG. Titik lelehnya bervariasi, bergantung pada formula berat dari polimer. PEG atau PEO memiliki struktur seperti pada Gambar 2.3 berikut:

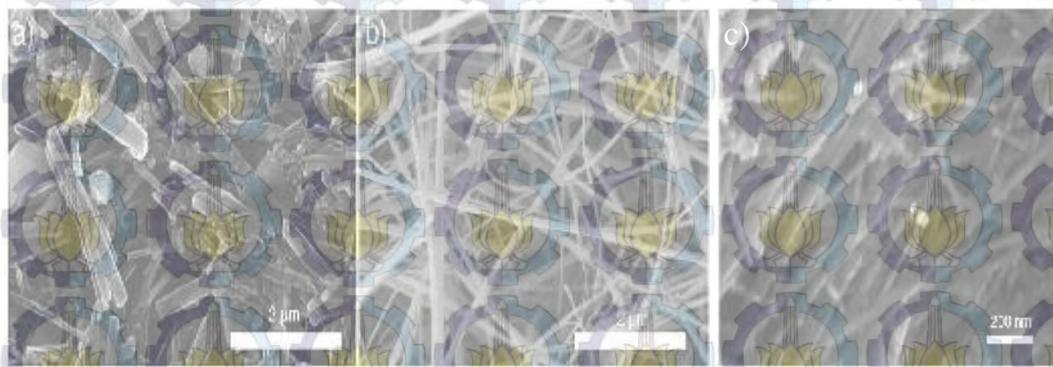


Gambar 2.3 Struktur Polietilen Glikol (PEG) (Sumber: http://en.wikipedia.org/wiki/Polyethylene_glycol, 1 November 2013; pukul 16.57)

Angka-angka yang sering mengikuti dalam nama-nama PEG menunjukkan berat molekul rata-rata, misalnya PEG dengan $n = 9$ akan memiliki berat molekul rata-rata sekitar 400 Dalton dan akan diberi label PEG 400.

Pemakaian PEG dalam sintesa partikel nano Fe_3O_4 bertujuan sebagai cetakan untuk menampung partikel Fe_3O_4 yang dihasilkan melalui proses pengendapan pada metoda kopresipitasi. Peranan penambahan PEG dipercaya berperan dalam dua hal, yaitu mencegah penggumpalan dari partikel nano pada fasa-fasa awal dan secara kinetik mengontrol laju pertumbuhan bidang-bidang

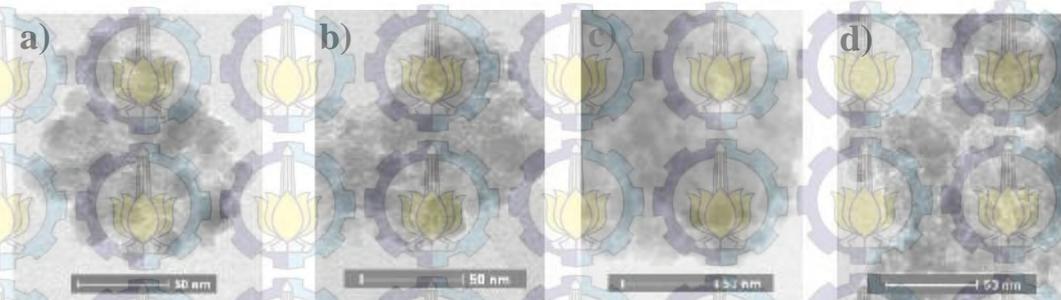
kristalografi sepanjang bidang tertentu (Du dkk., 2006). Seperti pada penelitian yang dilakukan oleh S. Lian dkk. yang menggunakan metode hidrotermal telah berhasil mensintesa Fe_3O_4 *nanorod* melalui penambahan PEG-1000 sebagai *template* dengan diameter rata-rata ~ 80 nm dan panjang rata-rata ~ 2 μm . Surfaktan PEG-1000 yang berwujud padatan dipanaskan dan dilelehkan sebelum ditambahkan dalam proses reaksi. Gambar 2.4 merupakan nanorod Fe_3O_4 yang disintesis dengan penambahan PEG-1000 memiliki diameter 200 nm dan panjang 2–3 μm , sedangkan nanowire Fe_3O_4 yang disintesis dengan penambahan PEG-20.000 memiliki diameter 150–200 nm dan panjang 10 μm . Meskipun diameter *nanorod* yang disintesis dengan penambahan PEG-1000 lebih besar sedikit dibanding dengan penambahan PEG-20.000 namun secara keseluruhan diameter dan panjang memiliki kecenderungan meningkat seiring meningkatnya berat molekul PEG. Sedangkan pada penelitian Perdana (2010) melalui metoda kopresipitasi mampu mensintesa partikel Fe_3O_4 dengan ukuran partikel $6,53 \pm 1,282$ nm pada penambahan konsentrasi PEG-1000 dengan perbandingan volum larutan dengan PEG-1000 1:2.



Gambar 2.4 Hasil SEM *nanorod* dan *nanowire* Fe_3O_4 yang disintesis dengan penambahan a) PEG-1000, b) PEG-20.000, c) PEG-400 (Sumber: Lian dkk., 2003)

Berdasarkan hasil penelitian Perdana dkk, konsentrasi penambahan PEG memegang peranan penting dalam pertumbuhan partikel nano Fe_3O_4 sehingga mempengaruhi ukuran dari partikel Fe_3O_4 yang dihasilkan. Ukuran partikel paling kecil diperoleh dengan perbandingan volum larutan dengan PEG-1000 1:2 dan memiliki kecenderungan semakin kecil seiring meningkatnya konsentrasi

penambahan PEG-1000. Dengan jumlah PEG yang semakin besar, ruang gerak partikel koloid semakin terbatas. Hal ini akan berakibat pada proses pertumbuhan partikel koloid dari Fe_3O_4 . Gambar 2.5 menunjukkan hasil TEM dari masing-masing variasi konsentrasi penambahan PEG-1000. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa semua sampel memiliki morfologi yang sama yaitu bulat (*spherical*). Hal ini berbeda dengan hasil penelitian S. Lian yang berbentuk *nanorod* (Gambar 2.4 a)). Hasil ini mungkin disebabkan seluruh permukaan partikel nano Fe_3O_4 terlapisi secara sempurna oleh PEG-1000 sehingga pertumbuhannya terbatas ke segala arah.



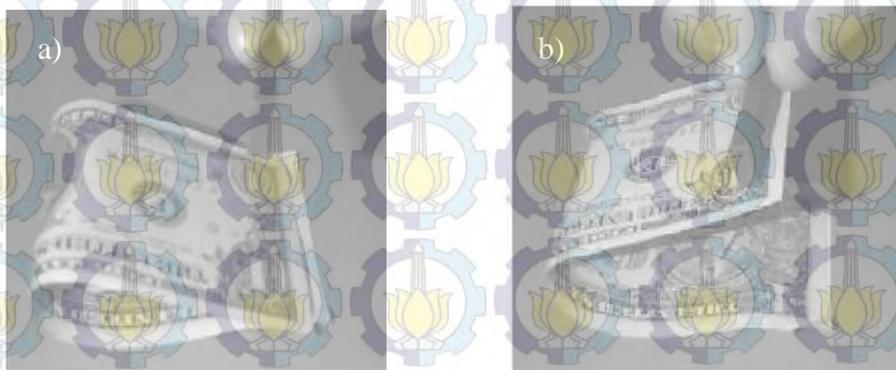
Gambar 2.5 Hasil TEM partikel Fe_3O_4 a) tanpa PEG-1000 dan penambahan PEG-1000 b) 1:1, c) 1:2, d) 1:4 (Sumber: Perdana dkk., 2011)

2.3 Ferrofluida Magnetit (Fe_3O_4)

Partikel nano magnetik telah menarik banyak minat tidak hanya aplikasi di bidang rekaman magnetik tetapi juga di bidang medis dan magnetik penginderaan.

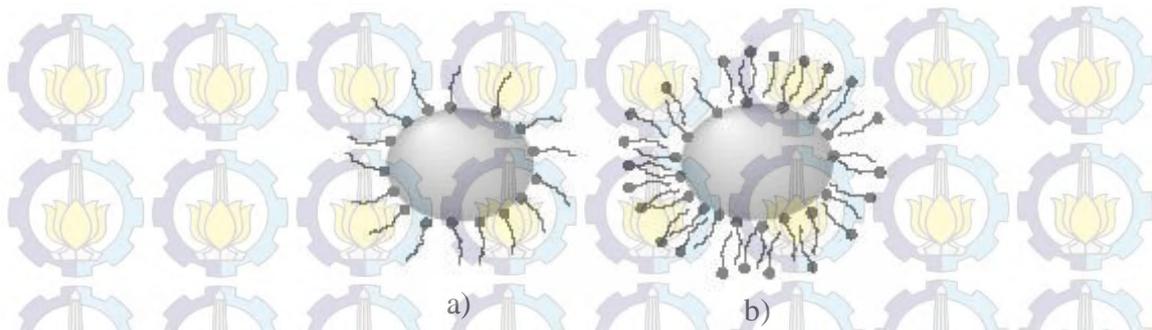
Terutama partikel nano oksida besi seperti Fe_3O_4 dan $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ yang dilaporkan dapat diaplikasikan sebagai bahan untuk digunakan dalam sistem pengiriman obat (*Drug Delivery System = DDS*), *Magnetic Resonance Imaging (MRI)* dan terapi kanker (Iida dkk., 2007). Partikel Fe_3O_4 ini bisa didispersikan dalam medium pelarut dengan menggunakan surfaktan sehingga terbentuk ferrofluida yang perilakunya sangat ditentukan oleh sifat magnetik partikelnya. Jika ferrofluida ini didekatkan pada medan magnet, momen magnetik partikel Fe_3O_4 akan berusaha untuk mengatur dirinya sesuai dengan arah medan magnet. Gaya magnetik ferrofluida ini cukup kuat meskipun di dalam medan magnet yang lemah. Dengan demikian aliran fluida dapat dikontrol dengan mudah. Karena sifat magnetik dan kontrol

yang efisien ini, ferrofluida Fe_3O_4 memiliki banyak aplikasi antara lain dari segi termal dalam *loudspeaker* (Odenbach, 2003), dari segi mekanik sebagai ferrofluida *seal* (Sreedhar dkk., 2013) ataupun sebagai *shock absorber* (Milecki dkk., 2012) serta aplikasi dalam dunia obat-obatan (Aurich dkk., 2007) dan juga sebagai *drug targeting* (Gitter dkk., 2011) serta MRI (*Magnetic Resonance Imaging*) (Ahmadi dkk., 2013). Selain itu, ferrofluida Fe_3O_4 juga telah banyak digunakan dalam bidang percetakan yaitu sebagai campuran tinta sehingga diperoleh tinta magnetik. Saat ini tinta magnetik telah digunakan dalam pencetakan uang kertas dolar USA untuk mencegah pemalsuan (Berger dkk., 1999) dengan memanfaatkan daya tarik magnetik seperti terlihat pada Gambar 2.6.



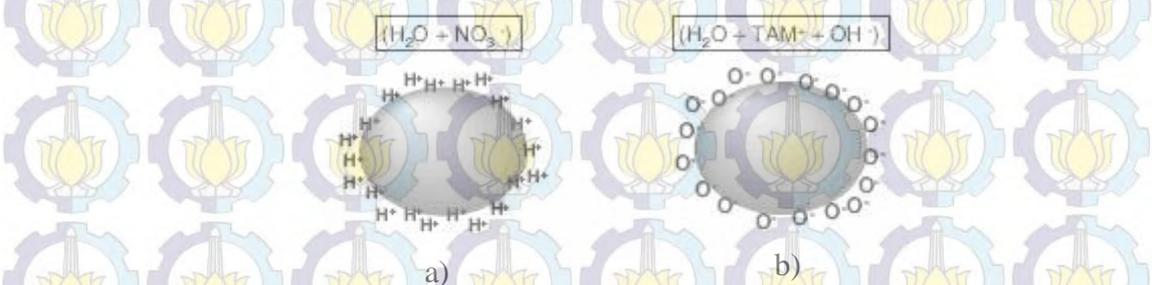
Gambar 2.6 Penggunaan tinta magnetik dalam pencetakan uang kertas dolar USA untuk tujuan identifikasi a) saat sebuah magnet didekatkan pada uang dolar, b) uang kertas tersebut akan tertarik ke arah magnet (Sumber: Berger dkk., 1999)

Ferrofluida merupakan suspensi koloid stabil yang tersusun atas partikel magnetik (biasanya magnetit, Fe_3O_4) berukuran sangat kecil (~ 10 nm) yang terlarut di dalam media pelarutnya (biasanya air atau hidrokarbon). Partikel-partikel Fe_3O_4 ini dapat stabil disebabkan adanya surfaktan yang mencegah aglomerasi (penggumpalan) antar partikel akibat adanya gaya van der Waals dan gaya magnet. Interaksi antar partikel akan semakin kuat jika jarak antar partikelnya semakin dekat. Surfaktan bersifat melapisi permukaan partikel Fe_3O_4 sehingga membangkitkan gaya tolakan secara sterik atau elektrostatik antar partikel Fe_3O_4 yang mencegah terbentuknya partikel yang lebih besar.



Gambar 2.7 Sketsa ferrofluida terlapis surfaktan dengan a) lapisan tunggal pada medium non polar, b) lapisan ganda pada medium polar (Sumber: Scherer dkk., 2005)

Berdasarkan kemampuan melapisi pada partikel Fe_3O_4 ini, ferrofluida dapat diklasifikasikan menjadi dua kelompok utama, yakni ferrofluida bersurfaktan dan ferrofluida ionik (Scherer dkk., 2005). Ferrofluida bersurfaktan terbentuk oleh partikel Fe_3O_4 yang dilapisi oleh molekul surfaktan sehingga timbul tolakan sterik antar partikel. Asam oleik-cis ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$) dan aerosol sodium di-2 ethylhexyl-sulfosuccinat merupakan contoh molekul surfaktan yang sering digunakan. Gaya tolakan yang dihasilkan oleh molekul surfaktan menjaga partikel tetap stabil dalam koloid karena mempunyai ujung polar yang dapat mengikat permukaan antar partikel Fe_3O_4 . Dalam medium non polar (misal minyak), surfaktan ini membentuk lapisan hidrofobik dengan bagian kepala melekat pada partikel dan bagian rantai karbon kontak dengan fluida pembawanya. Jika partikel terdispersi dalam medium polar (misal air), surfaktan ini akan membentuk lapisan hidrofilik dengan cara pelapisan ganda (*double surfactation*) seperti terlihat pada Gambar 2.7.



Gambar 2.8 Sketsa ferrofluida ionik dengan a) ferrofluida asam, b) ferrofluida basa (alkali) dalam medium H_2O dengan TAM^+OH^- adalah Tetrametil Amonium Hidroksida (Sumber: Scherer dkk., 2005)

Pada ferrofluida ionik, permukaan partikel nano magnetik bermuatan secara elektrik. Hal ini bisa diperoleh dengan menambahkan surfaktan ionik seperti Tetrametil Ammonium Hidroksida (TMAH) dengan rumus kimia $N(CH_3)_4OH$ sehingga menghasilkan tolakan elektrostatik. TMAH memiliki rantai hidrokarbon lebih pendek dibandingkan dengan larutan asam oleik. Pada umumnya, larutannya dalam air dan pH-nya dapat bervariasi dari 2 sampai 12 bergantung pada tanda muatan permukaan partikel. Sebagai contoh, pada ferrofluida asam ($pH < 7$), permukaan partikelnya dilapisi oleh muatan positif. Sedangkan ferrofluida basa ($pH > 7$), permukaan partikelnya dilapisi muatan negatif. Surfaktan TMAH yang merupakan molekul rantai pendek akan membungkus partikel magnetik sehingga bermuatan negatif. Rantai molekul yang tidak berikatan dengan partikel (bebas) berinteraksi dengan medium pembawanya. Jadi, selain adanya tolakan secara elektrostatik, terdapat juga interaksi sterik antar partikel seperti ditunjukkan pada Gambar 2.8.



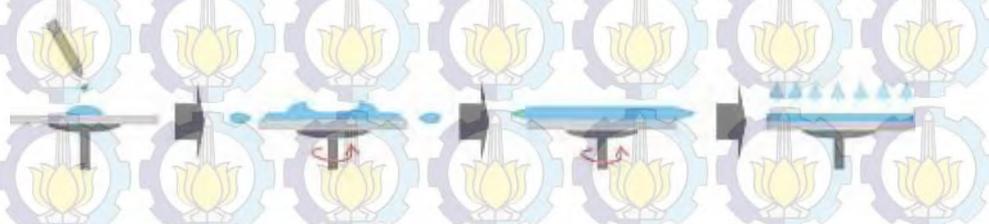
Gambar 2.9 Ferrofluida yang tertarik ke atas oleh magnet melawan gravitasi bumi sehingga membentuk pola-pola paku (*spike*) (Sumber: <http://en.wikipedia.org/wiki/Ferrofluid>)

Kestabilan partikel-partikel Fe_3O_4 dalam ferrofluida bergantung pada kontribusi termal dan kesetimbangan antara interaksi gaya tarik-menarik (seperti van der Waals dan dipol-dipol) dan gaya tolak-menolak (misal sterik dan elektrostatik). Di samping itu, partikel Fe_3O_4 harus berukuran nano (~ 10 nm) agar dapat terdispersi dalam fluida secara sempurna. Dengan ukuran ini, partikel dapat

diperlakukan sebagai partikel domain tunggal (*single domain*) sehingga setiap partikel dapat dikatakan sebagai magnet permanen kecil dalam medium cairnya (Odenbach, 2003). Gambar 2.9 memperlihatkan ferrofluida yang tertarik oleh magnet.

2.4 Pelapisan dengan Metoda *Spin-Coating*

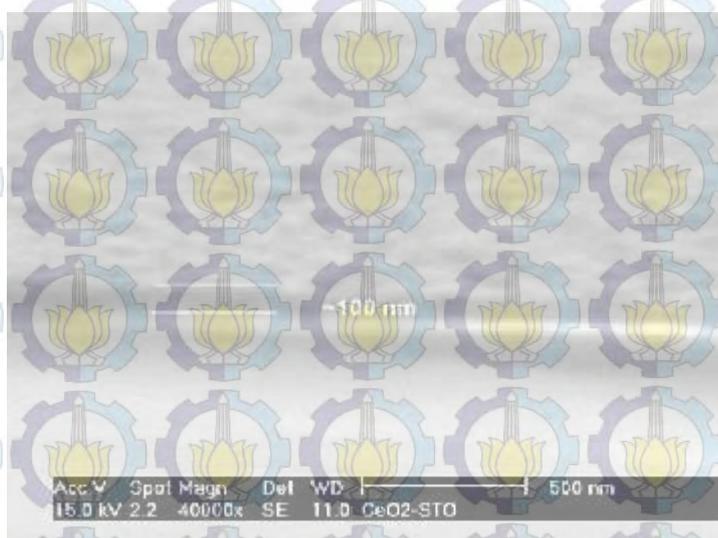
Spin-coating telah digunakan dalam beberapa dekade untuk aplikasi lapisan tipis bagi keperluan piranti non-linear optik misalnya pada bahan polimer, photoresis pada silikon untuk peralatan semikonduktor (Kim dkk., 2002), prekursor polimer metal untuk preparasi berbagai material HTSC (*High Temperature Superconductor*) (Zygalsky dkk., 1998), maupun untuk bahan SOFC (*Solid Oxide Fuel Cells*) (Wang dkk., 2007), bahkan juga digunakan pada aplikasi pemodelan bio-molekular (Pompeo dkk., 2005) dengan cara yang sangat mudah yaitu dengan meneteskan sedikit larutan untuk bahan lapisan ke pusat suatu substrat dan kemudian memutar substrat tersebut pada kecepatan tinggi (umumnya sekitar 3000 rpm). Percepatan sentripetal akan menyebabkan larutan menyebar ke tepi substrat dan dengan cepat melewatinya sehingga terbentuk suatu lapisan tipis pada permukaan substrat dan proses pemutaran tetap diteruskan walaupun larutan keluar dari tepi substrat sampai didapatkan ketebalan yang diinginkan. Proses pelapisan dengan pemutaran ini dapat diilustrasikan seperti Gambar 2.10.



Gambar 2.10 Tahapan proses pelapisan *spin-coating* (Sumber: <http://nl.wikipedia.org/wiki/Spincoating>; 11 November 2013: pukul 11.24)

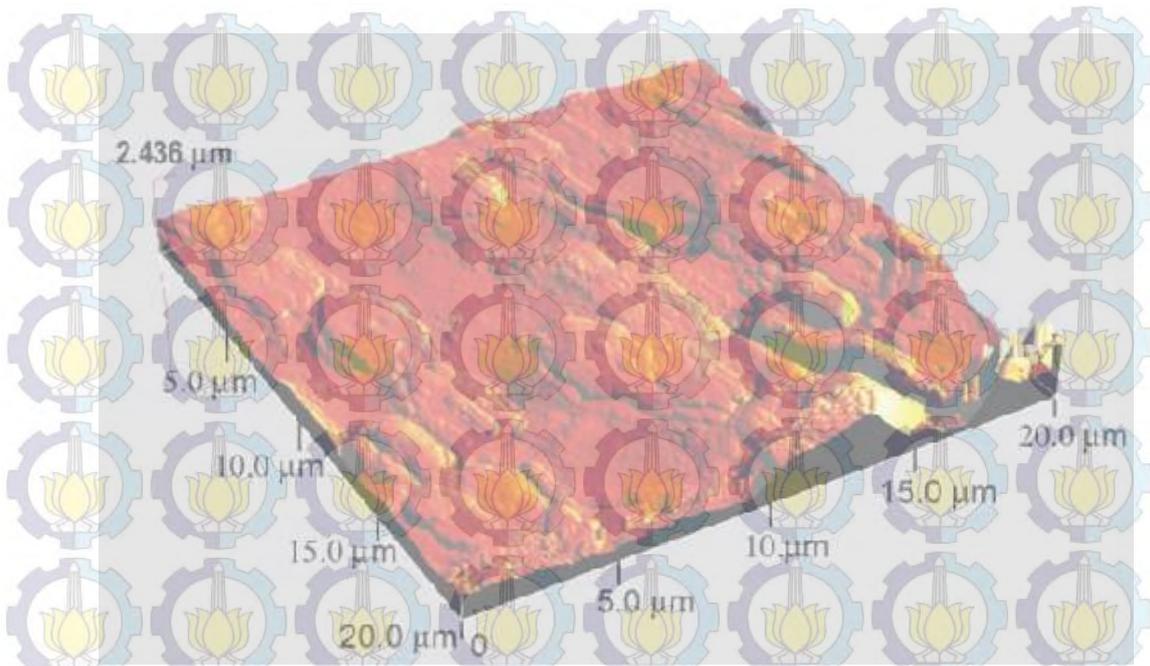
Gambar 2.11 merupakan salah satu contoh penggunaan metoda *spin-coating* untuk membentuk lapisan tipis CeO_2 di atas substrat SrTiO_3 . Lapisan tipis

CeO₂ berasal dari larutan ethylhexanoat cerium dan diubah menjadi bentuk oksidanya dengan *pyrolysis* pada temperatur yang relatif rendah dan tekanan rendah ataupun normal. Dari karakterisasi SEM pada Gambar 2.11 menunjukkan bahwa lapisan CeO₂ cukup padat yaitu terbentuk dari butir yang berukuran sekitar 100 nm, agak halus (kekasaran ~50 nm) dan tebal 150 nm. Lapisan tipis ini cocok untuk menjadi lapisan buffer untuk aplikasi HTSC (*High Temperature Superconductor*) (Morlens dkk., 2003).



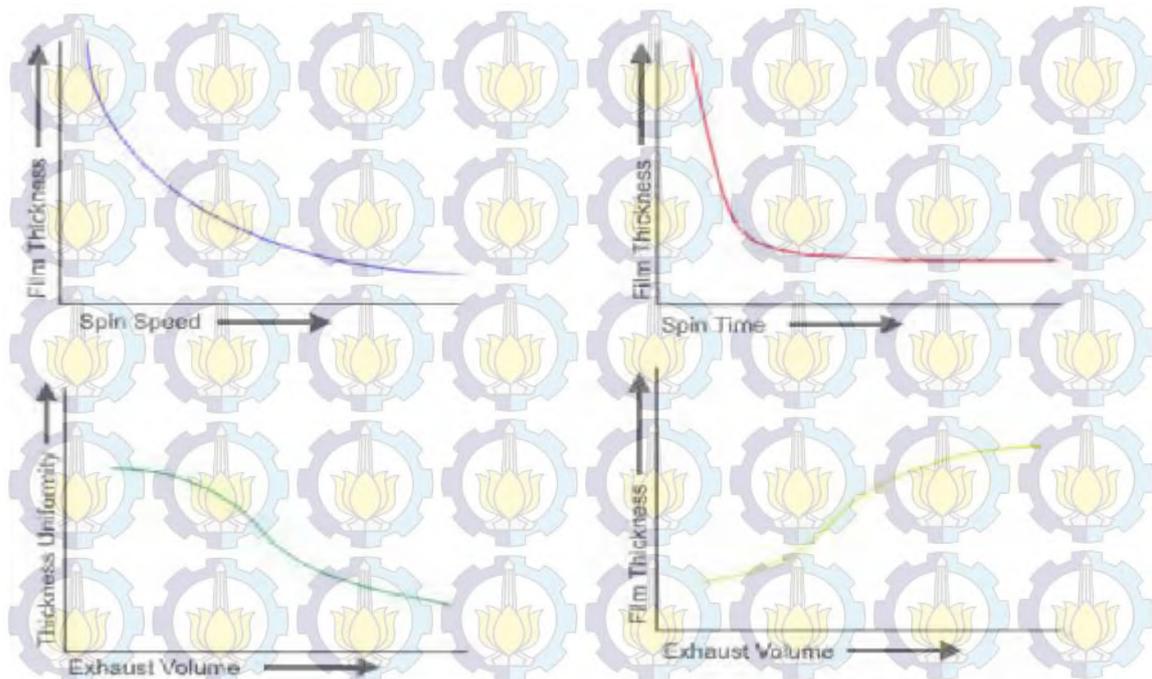
Gambar 2.11 Hasil SEM lapisan tipis CeO₂ di atas monokristal SrTiO₃ (Sumber: Morlens dkk., 2003).

Selain SEM, karakterisasi menggunakan *Atomic Force Microscopic* (AFM) juga umum digunakan untuk mengetahui topografi permukaan lapisan tipis hasil *spin-coating* seperti pada penelitian M. A. Baqiya pada tahun 2008. Hasil pelapisan ferrofluida Fe₃O₄ pada permukaan logam aluminium yang dikarakterisasi menggunakan AFM ditunjukkan Gambar 2.12. Ferrofluida yang dilapiskan melalui teknik *spin-coating* dapat menempel pada permukaan logam dikarenakan adanya gaya Van Der Waals antara partikel magnetit dengan substratnya. Dari Gambar 2.12, penyebaran partikel yang menempel pada permukaan logam menyerupai butir (*grain*) dengan ukuran 5 – 10 µm dan partikel tersebar tidak merata pada permukaan yang disebabkan oleh parameter-parameter yang mempengaruhi proses *spin-coating*.



Gambar 2.12 Struktur permukaan hasil pelapisan ferrofluida Fe_3O_4 pada aluminium menggunakan AFM (Sumber: Baqiya, 2008)

Kehomogenan dan ketebalan lapisan tipis bergantung pada sifat dasar larutan yang digunakan (viskositas, laju penguapan, densitas, tegangan muka) dan parameter-parameter yang dipilih dalam proses pemutaran misalnya faktor kecepatan putaran, lamanya waktu pemutaran dan akselerasi berperan dalam penentuan bagaimana sifat-sifat dari lapisan tipis. Semakin cepat putaran, lapisan yang diperoleh akan semakin tipis. Ketebalan lapisan dapat bervariasi antara beberapa ratus nanometer sampai 10 mikrometer (Schmidt dkk., 2000). Grafik pada Gambar 2.13 merepresentasikan pola umum dari berbagai parameter proses pemutaran. Untuk kebanyakan material resin, ketebalan film akan berbanding terbalik terhadap kecepatan putar dan lamanya waktu pemutaran. Ketebalan akhir juga akan sebanding terhadap volume uap yang berada disekitar proses *spin-coating* meskipun keseragaman ketebalan lapisan akan berkurang jika aliran uap terlalu tinggi disekitar proses *spin-coating* karena turbulensi akan menyebabkan ketidakseragaman proses pengeringan lapisan film selama proses pemutaran. Oleh karena itu, laju pengeringan dan ketebalan akhir dari film juga dipengaruhi temperatur udara dan kelembaban. Dengan memutar dalam wadah tertutup, uap pelarut dari larutan pelapis tertahan di sekitar wadah dan cenderung mengurangi pengaruh variasi kelembaban.



Gambar 2.13 Pola umum dari berbagai parameter proses pemutaran dalam proses *spin-coating* (Sumber: <http://www.brewerscience.com/uploads/downloads/cee/spintheory.pdf>; 11 November 2013: pukul 14.43)

Metoda *spin-coating* merupakan proses yang cukup sederhana dan efektif untuk membuat lapisan tipis bila dibandingkan metoda fisik dan kimia konvensional. Keuntungan metoda pelapisan ini antara lain dapat memvariasi ketebalan lapisan hanya dengan mengatur parameter seperti kecepatan putar dan waktu pemutaran, disamping mengatur viskositas dan densitas larutan yang digunakan untuk proses pelapisan (Kim dkk., 2002). Keuntungan lain diantaranya ialah kemampuannya dalam membuat lapisan tipis secara bertahap untuk lebih seragam selama proses pelapisan (Chen dkk., 2010). Namun selain mempunyai banyak keuntungan, ada beberapa konsekuensi kerugian yang dapat terjadi dalam *spin-coating* diantaranya adalah makin lebar ukuran substrat, larutan yang dipakai semakin banyak. Substrat yang lebar tidak efisien untuk kecepatan tinggi karena larutan akan kering sebelum melapisi seluruh permukaan substrat. Disamping itu, hanya 2 – 5 % larutan yang tersebar pada substrat, sedangkan yang lainnya terhempas keluar selama proses pemutaran (Baqiya, 2008).

BAB 3 METODA PENELITIAN

3.1 Peralatan dan Bahan

3.1.1 Peralatan

Peralatan yang dipakai dalam proses sintesis partikel Fe_3O_4 dengan variasi tanpa dan dengan penambahan PEG-1000 antara lain gelas reaksi, gelas ukur, pipet, timbangan digital, corong kaca, termometer, kertas saring, magnet permanen, oven, alat pemanas dan pengaduk magnetik (*hot plate and magnetic stirrer*) dan seperangkat *X-Ray Diffractometer* (XRD) untuk karakterisasi fasa. Sedangkan untuk persiapan pelapisan pada substrat peralatan yang dipakai antara lain kertas gosok (amplas) dengan grid 500, 800, 1000, 1200, 1500 dan 2000, alat *polishing*, dan *ultrasonic cleaner*. Sedangkan untuk pelapisan ferofluida pada logam menggunakan alat *spin-coating* dan diuji dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM) serta *Atomic Force Microscope* (AFM) untuk mengamati struktur permukaan lebih detail serta *Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy* (EDX) untuk mengetahui adanya kemungkinan terjadinya korosi.

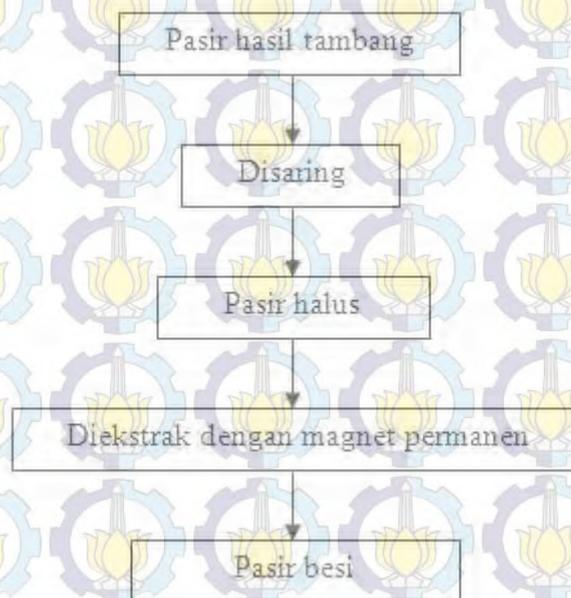
3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain pasir besi dari Kecamatan Pasirian Kabupaten Lumajang Jawa Timur, larutan HCl dengan molaritas 12,07 M, larutan NH_4OH dengan molaritas 6,49 M dan akuades serta polietilena glikol (PEG)-1000 yang dipakai sebagai *template*. Penambahan PEG-1000 juga bertujuan sebagai pembungkus partikel Fe_3O_4 sehingga tidak terbentuk agregat. Sedangkan surfaktan yang dipakai adalah Tetrametil Ammonium Hidroksida (TMAH) untuk mencegah aglomerasi partikel Fe_3O_4 dan logam yang dipakai sebagai substrat pada pelapisan ferofluida Fe_3O_4 adalah tembaga (Cu).

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Sintesis Partikel Nano Fe₃O₄ Tanpa Penambahan PEG-1000

Pasir hasil tambang diayak dengan menggunakan ayakan tepung untuk memisahkan antara pasir dan kerikil. Hasil dari proses pengayakan ini berupa pasir halus yang kemudian dipisahkan antara pasir biasa dengan pasir besi menggunakan magnet permanen. Pasir besi ini yang akan menjadi bahan dasar dari sintesis partikel nano Fe₃O₄. Gambar 3.1 merupakan diagram alir persiapan bahan dasar partikel nano Fe₃O₄.



Gambar 3.1 Diagram alir persiapan pasir besi sebagai bahan dasar sintesis partikel nano Fe₃O₄

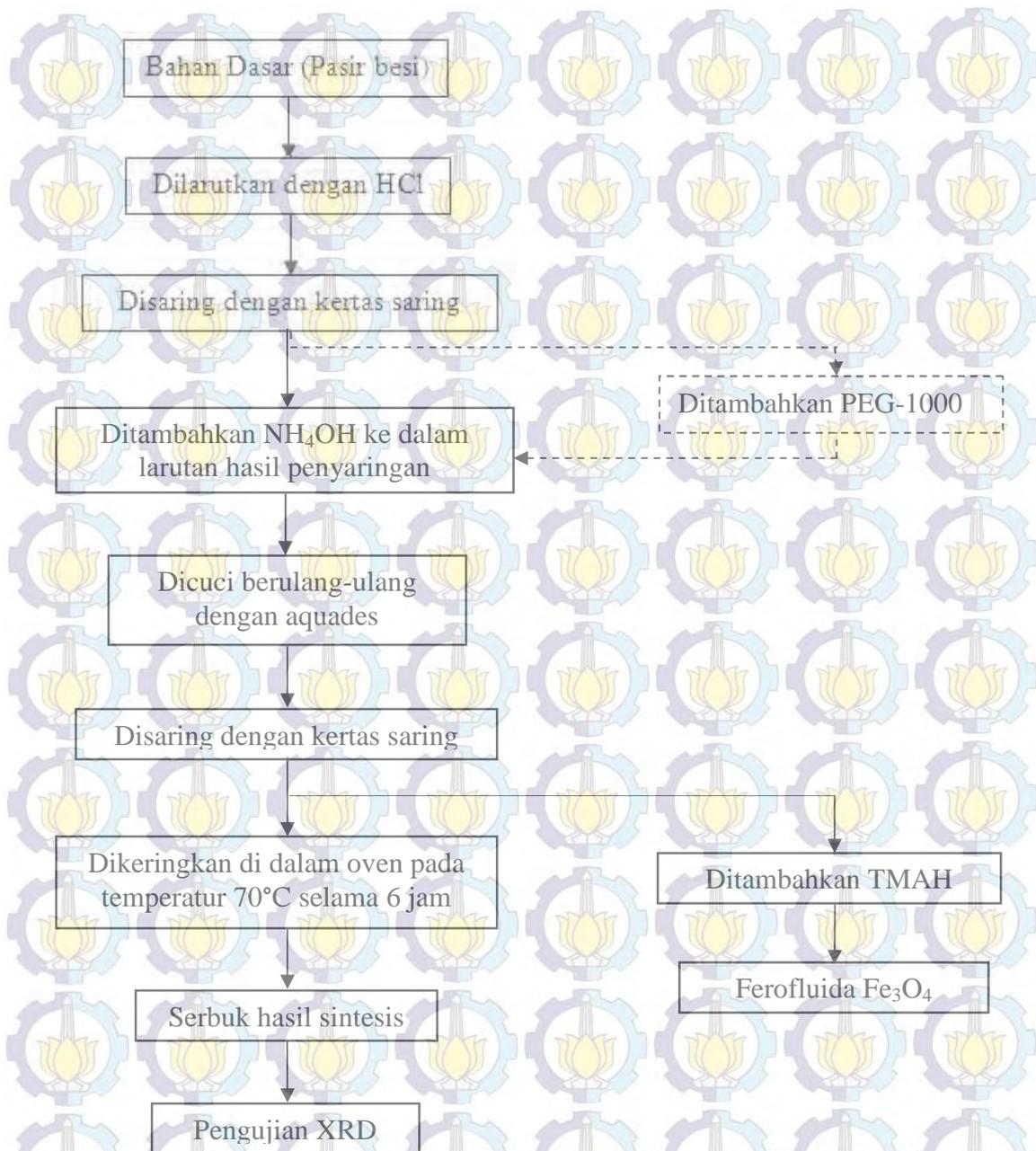
Partikel nano Fe₃O₄ disintesis dengan menggunakan metoda kopresipitasi. Pasir besi hasil ekstraksi ditimbang dengan menggunakan timbangan digital sebanyak 20 gram seperti terlihat pada Gambar 3.3 a) dan dilarutkan dalam 38 ml HCl 12,063 M pada temperatur ~70°C serta diaduk selama 15 menit dengan *magnetic stirrer* di atas *hot plate* (Gambar 3.3 b)). Adapun persamaan reaksinya sebagai berikut:



Larutan yang terbentuk kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring. Lalu larutan NH_4OH dengan konsentrasi 6,5 M sebanyak 70 ml ditambahkan dalam larutan hasil penyaringan ini sambil diaduk dengan *magnetik stirrer* dan dipanaskan dengan *hot plate* pada temperatur $\sim 70^\circ\text{C}$ selama 15 menit seperti ditunjukkan Gambar 3.3 d). Persamaan reaksi pada tahap ini seperti persamaan berikut:



Endapan hasil reaksi yang terbentuk didinginkan terlebih dahulu sampai temperatur kamar kemudian dicuci 10 kali dengan akuades sampai pH 7 dan bersih dari sisa-sisa larutan basa. Cara pencucian adalah dengan menempatkan endapan hasil reaksi pada gelas reaksi yang berukuran besar kemudian diberi akuades sebanyak yang bisa ditampung gelas tersebut (Gambar 3.3 e)). Magnet permanen ditempatkan di bawah gelas reaksi dengan tujuan untuk memisahkan Fe_3O_4 dari NH_4Cl yang berasal dari hasil reaksi. Sehingga Fe_3O_4 yang memiliki sifat kemagnetan lebih besar akan lebih cepat mengendap karena tarikan magnet permanen. Bila sudah terjadi endapan di dasar gelas, air dalam gelas reaksi dibuang dengan penuangan secara perlahan-lahan dan hati-hati agar endapan kental yang berwarna hitam tidak ikut terbuang. Sebanyak 15 gram endapan tersebut ditambahkan TMAH sebanyak 3,6 ml (Gambar 3.3 g)) sehingga diperoleh ferrofluida sesuai dengan penelitian yang dilakukan Anwar pada tahun 2007 yang mensintesis ferrofluida berbahan dasar pasir besi menggunakan PEG-400 sebagai *template* dengan perbandingan endapan Fe_3O_4 5 gram ditambahkan 1,2 ml TMAH, sedangkan sebagian yang lain dikeringkan di dalam oven pada temperatur 70°C sekitar 6 jam seperti terlihat pada Gambar 3.3 f) sehingga diperoleh serbuk hasil sintesis. Setelah itu dilanjutkan dengan pengujian XRD pada serbuk tersebut untuk mengetahui fasa apa yang terbentuk. Diagram alir untuk proses sintesis tahap ini seperti ditunjukkan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Diagram alir sintesis partikel nano Fe_3O_4 dari pasir besi dengan penambahan PEG-1000 maupun tanpa penambahan PEG-1000

3.2.2 Sintesis Partikel Nano Fe_3O_4 dengan Penambahan PEG - 1000

Pasir besi yang telah diekstrak sesuai diagram alir pada Gambar 3.1 ditimbang dengan menggunakan timbangan digital sebanyak 20 gram dan dilarutkan dalam 38 ml HCl 12,063 M pada temperatur $\sim 70^\circ \text{C}$ serta diaduk

selama 15 menit dengan *magnetic stirrer* di atas *hot plate* seperti terlihat pada Gambar 3.3. Persamaan reaksinya sesuai dengan persamaan (1).

Larutan yang terbentuk kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring. PEG-1000 yang berbentuk padatan dipanaskan dan dilelehkan pada temperatur 40°C. PEG-1000 yang sudah mencair ditambahkan dalam larutan hasil penyaringan dengan perbandingan volum 1:2 kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 15 menit. Baru kemudian larutan NH₄OH dengan konsentrasi 6,5 M sebanyak 70 ml ditambahkan dalam larutan hasil pencampuran ini sambil diaduk dengan *magnetik stirrer* dan dipanaskan dengan *hot plate* pada temperatur ~70°C selama 15 menit. Sedangkan persamaan reaksi setelah penambahan larutan NH₄OH sesuai dengan persamaan (2).



Gambar 3.3 Tahapan sintesis partikel Fe₃O₄ a) proses penimbangan pasir besi, b) penambahan HCl, c) pencampuran larutan dengan PEG-1000, d) penambahan NH₄OH, e) proses pencucian, f) proses pengeringan di dalam oven, g) penambahan TMAH, h) ferrofluida Fe₃O₄

Endapan hasil reaksi yang dihasilkan didinginkan terlebih dahulu sampai temperatur kamar kemudian dicuci 10 kali dengan akuades sampai pH 7 dan bersih dari sisa-sisa larutan basa. Cara pencucian adalah dengan menempatkan

endapan hasil reaksi pada gelas reaksi yang berukuran besar kemudian diberi akuades sebanyak yang bisa ditampung gelas tersebut. Magnet permanen ditempatkan di bawah gelas reaksi dengan tujuan untuk memisahkan Fe_3O_4 dari NH_4Cl yang berasal dari hasil reaksi. Sehingga Fe_3O_4 yang memiliki sifat kemagnetan lebih besar akan lebih cepat mengendap karena tarikan magnet permanen. Bila sudah terjadi endapan di dasar gelas, air dalam gelas reaksi dibuang dengan penuangan secara perlahan-lahan dan hati-hati agar endapan kental yang berwarna hitam tidak ikut terbang. Sebanyak 15 gram endapan tersebut ditambahkan TMAH sebanyak 3,6 ml sehingga diperoleh ferrofluida sesuai dengan penelitian yang dilakukan Anwar pada tahun 2007 yang mensintesis ferrofluida berbahan dasar pasir besi menggunakan PEG-400 sebagai *template* dengan perbandingan endapan Fe_3O_4 5 gram ditambahkan 1,2 ml TMAH, sedangkan sebagian yang lain dikeringkan di dalam oven pada temperatur 70°C sekitar 6 jam sehingga diperoleh serbuk hasil sintesis. Setelah itu dilanjutkan dengan pengujian XRD pada serbuk tersebut untuk mengetahui fasa apa yang terbentuk. Diagram alir untuk proses sintesis tahap ini seperti ditunjukkan pada Gambar 3.2.

3.2.3 Pelapisan Ferrofluida pada Logam Tembaga

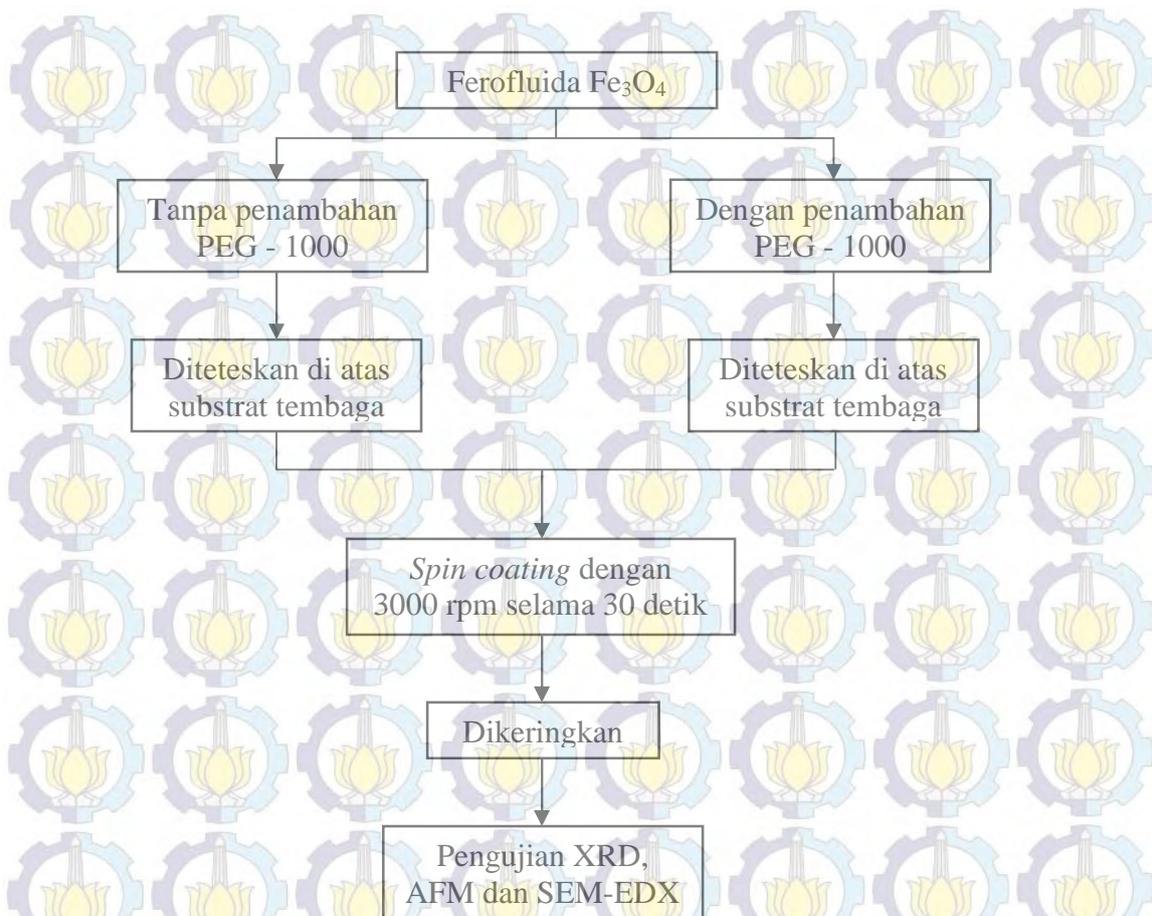
Substrat yang digunakan pada pelapisan ferrofluida dalam penelitian ini adalah tembaga (Cu). Logam Cu tersebut dipotong dengan diameter 16 mm. Tahapan proses pelapisan ferrofluida Fe_3O_4 seperti terlihat pada Gambar 3.4 diawali dengan preparasi sampel yang meliputi proses *grinding* yaitu permukaan substrat diampas dengan kertas ampas dari grid 500, 800, 1000, 1200, 1500 dan 2000 secara berurutan. Lalu dilanjutkan proses *polishing* dengan menggunakan alumina dan alat *polishing*. Substrat yang telah halus dan mengkilap permukaannya kemudian dietsa menggunakan *potassium dichromate* untuk logam Cu (Mehl, 1972) selama 5 detik dan dibilas dengan air mengalir. Permukaan substrat yang telah dietsa tersebut kemudian dikeringkan dengan tisu serta *hair dryer*. Tahap selanjutnya diuji dengan mikroskop optik dengan perbesaran $500\times$ serta diuji menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengetahui

struktur mikrografi dari sampel Cu. Langkah terakhir persiapan substrat adalah membersihkan permukaan substrat logam dengan *ultrasonic cleaner* selama 20 menit hingga diperoleh permukaan substrat yang bebas dari kotoran yang menempel agar tidak mengganggu proses pelapisan.



Gambar 3.4 Tahapan pelapisan ferofluida Fe_3O_4 pada logam Al dan Cu a) proses *grinding*, b) proses *polishing*, c) proses etsa, d) proses pengeringan permukaan logam Cu, e) pengujian menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran $500\times$, f) proses pencucian menggunakan *ultrasonic cleaner*, g) alat *spin-coating*, h) hasil pelapisan ferofluida Fe_3O_4 pada logam Cu

Sisi permukaan substrat yang telah di-*polishing* dan dibersihkan selanjutnya dilapisi dengan ferofluida Fe_3O_4 menggunakan metoda *spin-coating* hingga diperoleh 2 variasi sampel yaitu logam Cu yang dilapisi Fe_3O_4 dengan dan tanpa penggunaan PEG-1000. Kecepatan perputaran pelapisannya sebesar 3000 rpm selama 30 detik sehingga diperoleh lapisan yang cukup tipis. Substrat yang telah terlapisi ferofluida Fe_3O_4 lalu dikeringkan di udara bebas selama satu malam. Karakterisasi hasil pelapisan menggunakan XRD, AFM dan SEM-EDX. Skema kerja pelapisan diperlihatkan dalam Gambar 3.5.



Gambar 3.5 Diagram alir pelapisan ferrofluida Fe_3O_4 pada substrat tembaga dengan dan tanpa penambahan PEG-1000

3.3 Metoda Analisis Data

3.3.1 Karakterisasi XRD

Karakterisasi ini dilakukan untuk mendapatkan pola difraksi sinar-X (XRD). Hasil pengukuran XRD digunakan untuk mengidentifikasi fasa dan ukuran kristal serta distribusi ukuran dari serbuk Fe_3O_4 yang dihasilkan. Peralatan XRD yang digunakan seperti ditunjukkan pada Gambar 3.6 adalah *Philips X-Pert Multi Purpose Diffractometer System* dengan tipe JEOL-3530 Shimadzu yang berada di Laboratorium XRD - Research Center - ITS. Pengukuran dilakukan pada sudut panjang mulai dari sudut 2θ sebesar 5 sampai 100 dengan step 0,02. Anoda yang digunakan adalah *anode* Cu, tipe PW3373/00 Cu LFF dan menghasilkan panjang gelombang Cu K $1,54 \text{ \AA}$, 40 kV, 30mA. Proses

identifikasi fasa didasarkan pada pencocokan data. Sedangkan untuk mengetahui ukuran kristal serta distribusi ukuran partikel Fe_3O_4 yang dihasilkan digunakan program MAUD (*Material Analysis Using Diffraction*). Ukuran partikel Fe_3O_4 yang dihasilkan diharapkan ~ 10 nm dengan penggunaan PEG-1000 karena PEG-1000 dapat mengontrol pertumbuhan butir yang terbentuk sehingga dimungkinkan ukuran partikelnya menjadi lebih kecil dan *monodisperse* yaitu memiliki keseragaman ukuran yang relatif tinggi (Perdana, 2010).



Gambar 3.6 Seperangkat peralatan *X-Ray Diffractometer* tipe JEOL-3530 Shimadzu

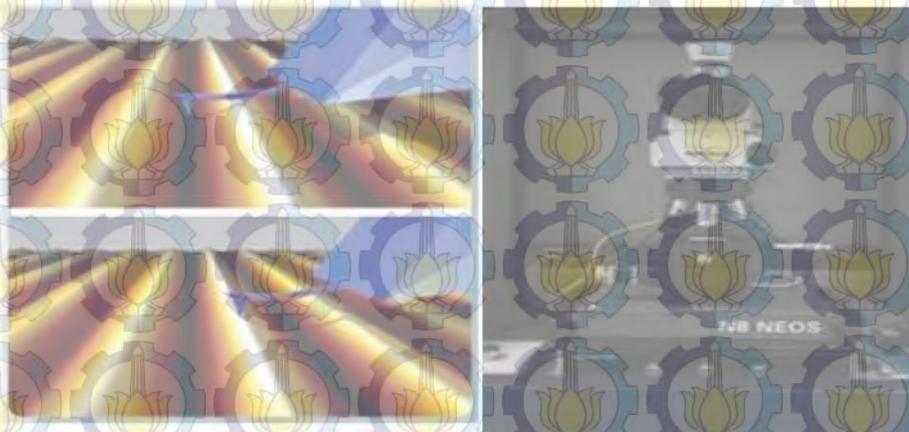
Ukuran kristal dan parameter kisi ditentukan dengan memakai persamaan Scherrer dan program Rietica. Rumusan Scherrer yang dipakai adalah sebagai berikut :

$$D = \frac{\lambda}{H_L - H_{L,s}}$$

dengan λ adalah panjang gelombang sinar-X (\AA), H_L adalah komponen pelebaran puncak Lorentzian (rad), $H_{L,s}$ adalah komponen pelebaran puncak Lorentzian standar (rad). Nilai H_L dan $H_{L,s}$ merupakan *output* atau parameter keluaran dari analisis Reitveld. Ukuran kristal diasumsikan hanya berpengaruh pada fungsi Lorentzian saja. Nilai $H_{L,s}$ menggunakan MgO standar dengan nilai 0,000641 rad.

3.3.2 Karakterisasi Struktur Permukaan

Struktur permukaan hasil pelapisan diamati dengan *Atomic Force Microscopy* (AFM) untuk melihat kontur permukaan substrat tempat partikel magnetit menempel. Peralatan AFM yang digunakan seperti ditunjukkan pada Gambar 3.7 adalah NEOS N8 menggabungkan mikroskopi optik dan Scanning Probe Microscopy (SPM) dalam satu sistem set up yang berada di Laboratorium Studi Energi dan Rekayasa - Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat - ITS.



Gambar 3.7 Seperangkat peralatan *Atomic Force Microscopy* (AFM) yang berada di Laboratorium Studi Energi dan Rekayasa - Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat - ITS

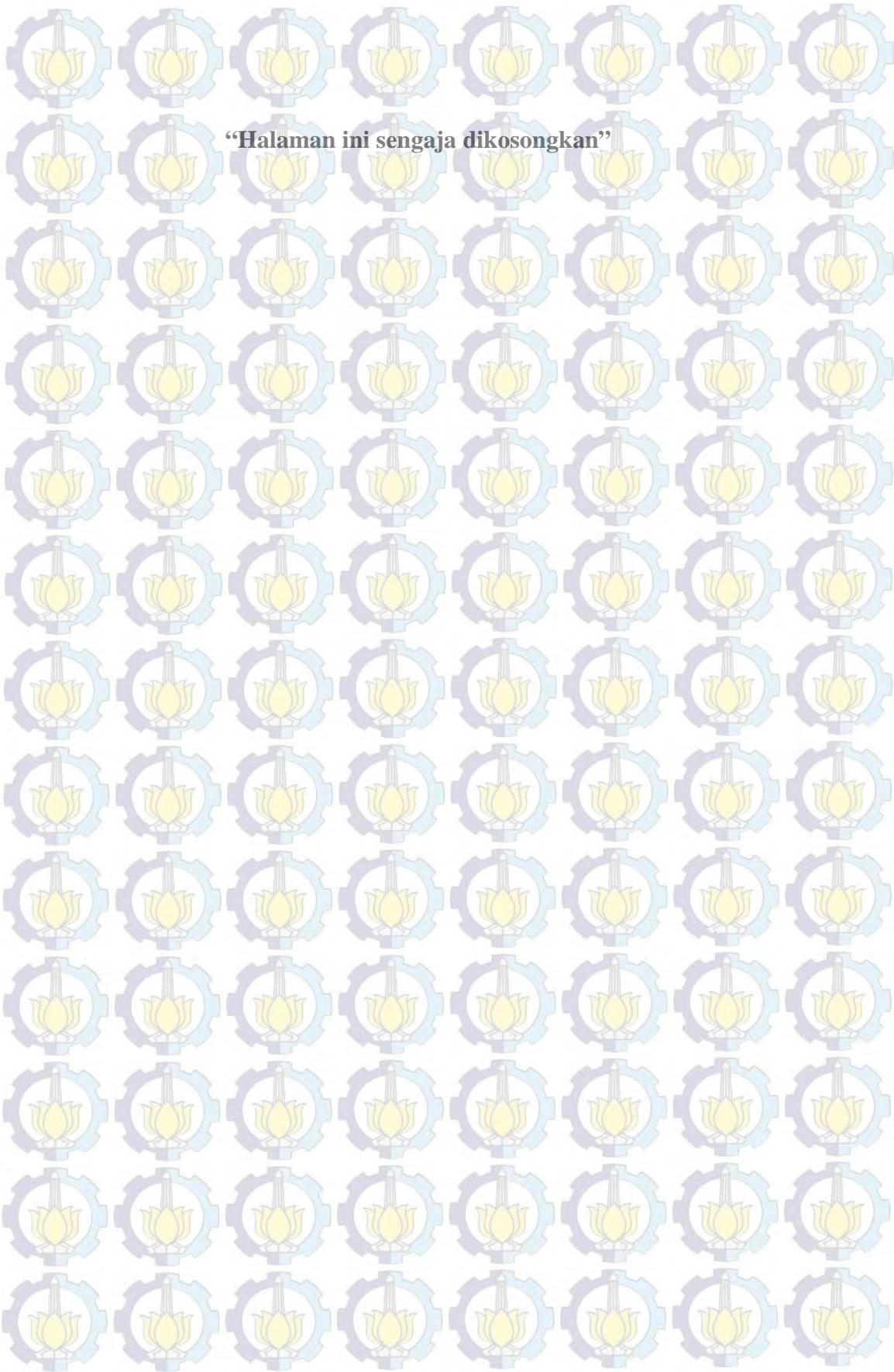
Kombinasi NEOS N8 dan mikroskop optik menghasilkan produktivitas tinggi pada pemeriksaan permukaan dengan resolusi yang tinggi. NEOS N8 telah dioptimasi untuk mengurangi pergeseran akibat vibrasi dan panas serta memiliki spesifikasi *Scanning range*: $40\ \mu\text{m} \times 40\ \mu\text{m} \times 8\ \mu\text{m}$, *Vertical Noise*: $0.2\ \text{nm RMS}$, *x-y resolution*: 1% on open loop mode, *Scan speed*: $0.1 - 10\ \text{Hz}$, *Tips*: *Silicone*, *Contact-Mode* dan *Non-Contact Mode*. Berdasar pengamatan ini, dapat dilihat dimana partikel magnetit menempel apakah pada butir atau batas butir dari permukaan logam tembaga.

Di samping itu, struktur permukaan substrat setelah dilapisi ferofluida Fe_3O_4 ini juga diuji menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan *Energy-Dispersive X-ray spectroscopy* (EDX) untuk mengetahui komposisi unsur pada substrat setelah pelapisan ferofluida Fe_3O_4 menggunakan *Quantax Energy*

Dispersive X-ray (EDX) Detector dari Bruker yang menyatu dengan SEM EVO® MA 10 di Laboratorium Studi Energi dan Rekayasa - Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat – ITS seperti terlihat pada Gambar 3.8. Detektor EDX memungkinkan dilakukannya mikroanalisis secara kualitatif dan semi kuantitatif untuk unsur-unsur mulai dari litium (Li) sampai Uranium (U) sehingga dapat digunakan untuk mengetahui adanya kemungkinan terjadinya korosi. Beberapa fitur yang terdapat pada peralatan ini antara lain pengoperasian pada tekanan yang bervariasi, perpindahan *stage* yang besar dan pemompaan vakum yang cepat.



Gambar 3.8 Seperangkat peralatan SEM EVO® MA 10 yang juga dilengkapi dengan *Quantax Energy Dispersive X-ray (EDX) Detector* dari Bruker untuk analisis mikro



BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Serbuk Hasil Sintesis

Partikel nano Fe_3O_4 yang digunakan sebagai bahan prekursor ferrofluida Fe_3O_4 dihasilkan dari pasir besi yang telah memiliki fasa Fe_3O_4 dengan cara kopresipitasi. Pasir besi yang telah diekstrak kemudian dilarutkan dalam larutan HCl sehingga menghasilkan senyawa-senyawa menurut reaksi berikut:



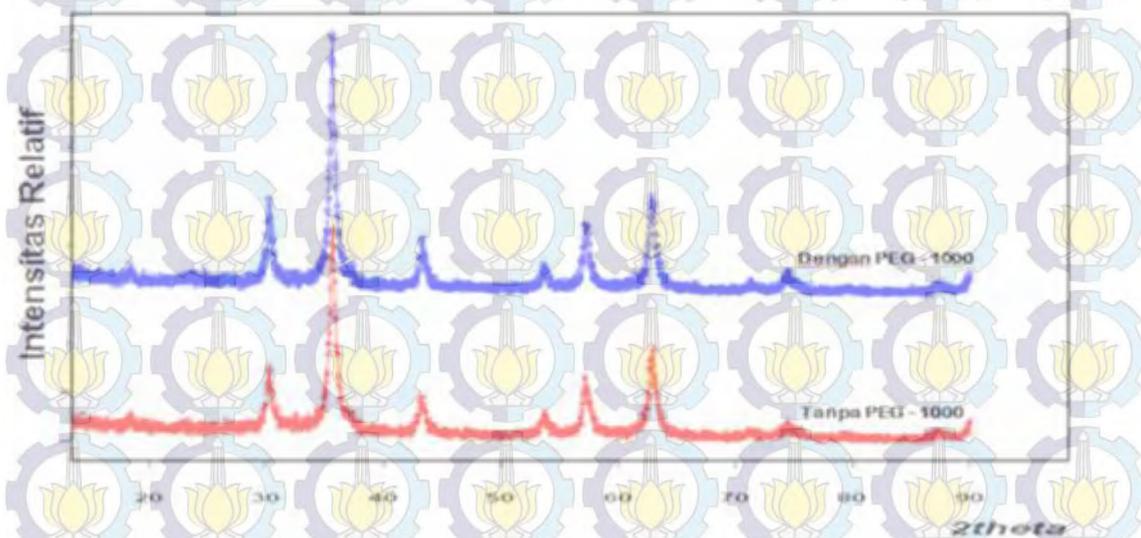
Dari larutan hasil reaksi tersebut, terdapat baik ion Fe^{2+} dan ion Fe^{3+} sekaligus yang menjadi dasar sintesis Fe_3O_4 yang mengandung ion Fe^{2+} dan juga ion Fe^{3+} dalam satu struktur kristalnya. Penambahan NH_4OH dengan cara titrasi merupakan proses yang membuat Fe^{2+} dan Fe^{3+} yang direaksikan mengkristal atau mengendap. Seiring proses pengendapan, terjadi pengintian yaitu pertumbuhan butir namun tidak sampai membesar karena terjadi dengan cepat dan pengontrolan pada suhu dan waktu. Proses yang seperti ini menjadikan partikel Fe_3O_4 berukuran nano yang dihasilkan sesuai reaksi berikut:



Endapan Fe_3O_4 berwarna hitam akan terbentuk dengan segera saat larutan hasil reaksi pertama yang mengandung ion Fe^{2+} dan ion Fe^{3+} dicampur dengan larutan basa (*Gnanaprakash dkk, 2007*). Pola difraksi partikel nano Fe_3O_4 yang disintesis dengan metode kopresipitasi pada penelitian ini tampak pada Gambar 4.1.

Analisis menggunakan program *X'Pert HighScore* untuk semua sampel menghasilkan pola difraksi yang sama dengan pola difraksi magnetit (Fe_3O_4) dengan *reference Code* no. 00-019-0629. Hasil analisis ini menunjukkan bahwa serbuk Fe_3O_4 yang berasal dari pasir besi adalah murni fasa Fe_3O_4 dan tidak ada fasa lain karena tidak ditemukan puncak-puncak dari impuritas seperti goethit yang memiliki rumus kimia $-\text{FeOOH}$ ataupun maghemit ($-\text{Fe}_2\text{O}_3$) yang

merupakan senyawa impuritas yang paling umum terdapat dalam magnetit yang disintesis dengan metode kopresipitasi. Namun secara umum sangat sulit membedakan antara fasa Fe_3O_4 dengan maghemit sebab keduanya memiliki pola puncak difraksi yang sangat mirip dan struktur kristal yang serupa. Identifikasi secara pasti struktur partikel nano Fe_3O_4 atau $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ baru bisa didapat jika menggunakan spektroskopi Mössbauer. Selain itu, pola difraksi sinar-X dari serbuk yang disintesis dengan penambahan PEG-1000 tampak mirip dengan pola difraksi sinar-X dari sampel tanpa penambahan PEG-1000. Hal ini mengindikasikan penambahan PEG-1000 tidak mempengaruhi kristalinitas dari partikel Fe_3O_4 . Meskipun demikian, hasil ini belum mampu memstikan bahwa PEG-1000 tidak ikut bereaksi karena pada penelitian yang dilakukan oleh Mukhopadhyay dkk. (2012) secara jelas mengkonfirmasi adanya modifikasi permukaan partikel Fe_3O_4 yang disebabkan oleh PEG. PEG dapat menempel di permukaan partikel Fe_3O_4 secara kovalen untuk mengurangi efek immunogenitas (Zhang dkk., 2002). Hasil pencocokan pola difraksi sampel dengan *data base software X'Pert HighScore* dapat dilihat di Lampiran A dan B.

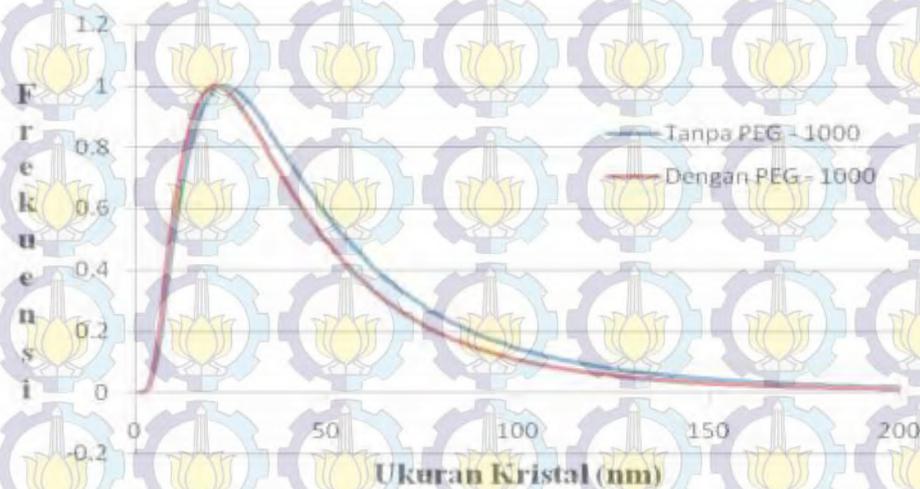


Gambar 4.1 Pola difraksi sinar-X dari partikel nano Fe_3O_4 yang disintesis dengan dan tanpa penambahan PEG-1000

Setelah diketahui komposisi fasanya, dilanjutkan dengan proses *refinement* menggunakan program MAUD (*Materials Analysis using Diffraction*) untuk mendapatkan ukuran kristal dengan memperhalus (*refinement*) pola terukur

dengan pola terhitung dari difraksi sinar-X data ICSD No. 84098 ($a = 8,398 \text{ \AA}$). Hasil analisis *refinement* ini menghasilkan ukuran kristal dari Fe_3O_4 sebesar $44,0 \pm 2,9 \text{ nm}$ dengan parameter kisi yang didapatkan sebesar $8,3580 \pm 0,0005$ untuk sampel tanpa penambahan PEG-1000. Sedangkan ukuran kristal Fe_3O_4 dari sampel dengan penambahan PEG-1000 sebesar $38,9 \pm 3,4 \text{ nm}$ dengan parameter kisi yang didapat sebesar $8,3579 \pm 0,0005$. Konstanta kisi ini sesuai dengan konstanta kisi partikel Fe_3O_4 yang disintesis dari pasir besi dalam penelitian yang dilakukan Baqiya pada tahun 2008 yaitu sebesar $8,360$ dan $8,361$ berturut-turut untuk Fe_3O_4 tanpa dan dengan penambahan PEG 400.

Gambar 4.1 juga memperlihatkan bahwa puncak yang lebih lebar dengan penambahan PEG-1000 yang mengindikasikan ukuran kristalnya lebih kecil sesuai dengan hasil *refinement* menggunakan program MAUD. Hal ini disebabkan PEG memegang peranan penting dalam mencegah aglomerasi partikel nano dan secara kinetik mengontrol laju pertumbuhan kristal (Baqiya, 2008). Partikel Fe_3O_4 yang ditemplei oleh PEG mengakibatkan menurunnya aktivitas partikel koloid sehingga pertumbuhannya terhambat pada sisi-sisi/bidang yang terlapsi PEG.



Gambar 4.2 Distribusi ukuran kristal Fe_3O_4 dari sampel yang disintesis dengan dan tanpa penambahan PEG-1000

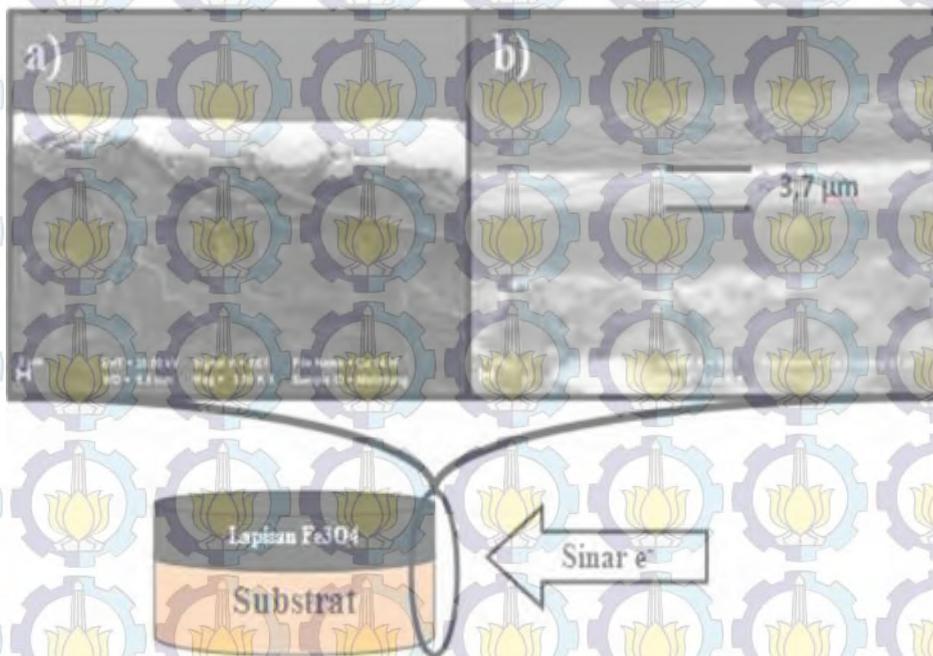
Dari data XRD juga dapat dilihat distribusi ukuran partikel dari masing-masing sampel menggunakan program MAUD yang selanjutnya dilakukan *fitting* menggunakan pendekatan distribusi log-normal. Gambar 4.2 memperlihatkan

distribusi dari masing-masing sampel. Pengaruh penambahan PEG-1000 menunjukkan grafik yang mengecil dibandingkan sampel tanpa PEG-1000. Artinya distribusi ukurannya semakin merata dengan penambahan PEG-1000. Hasil ini sesuai dengan hasil TEM partikel Fe_3O_4 seperti terlihat pada Gambar 2.5 yang dilakukan Perdana pada tahun 2010 yang mensintesis partikel Fe_3O_4 berbasah dasar pasir besi menggunakan metoda kopresipitasi dengan ukuran partikel Fe_3O_4 yang dihasilkan $10,91 \pm 3,474$ nm untuk sampel tanpa penambahan PEG-1000 dan $7,51 \pm 1,451$ nm untuk sampel dengan penambahan PEG-1000. Adanya sedikit perbedaan ukuran ini disebabkan PEG-1000 yang berfungsi sebagai *template* juga berperilaku sebagai surfaktan yaitu suatu senyawa yang bersifat hidrofilik pada salah satu ujungnya dan bersifat hidrofobik pada ujung yang lain. PEG yang merupakan sebuah oligomer yang mempunyai rantai seragam pendek, dapat dengan mudah diserap pada permukaan koloid metal oksida. Salah satu ujung rantai PEG yang bersifat hidrofilik akan menempel pada permukaan koloid magnetit dan ujung yang bersifat hidrofobik bebas. Pelapisan oleh PEG pada permukaan koloid menyebabkan pertumbuhan terhambat karena ruang gerak partikel terhalang adanya PEG. Penambahan PEG-1000 juga menyebabkan persebaran ukuran partikelnya relatif lebih seragam dibandingkan tanpa penambahan PEG-1000. Distribusi ukuran kristal Fe_3O_4 tanpa PEG yang tidak seragam disebabkan adanya partikel Fe_3O_4 merupakan partikel bersifat magnetik, maka tiap-tiap partikel Fe_3O_4 akan cenderung mendekat dan beraglomerasi satu dengan lainnya sehingga membentuk sekumpulan partikel Fe_3O_4 . Hal ini dapat ditunjukkan dari grafik partikel nano Fe_3O_4 tanpa penambahan PEG-1000 yang mempunyai ukuran yang lebih bervariasi, dengan jangkauan ukuran yang relatif lebih lebar bila dibandingkan grafik partikel nano Fe_3O_4 dengan penambahan PEG-1000.

4.2 Analisis Pengaruh Penambahan PEG – 1000 pada Hasil Pelapisan

Foto SEM penampang melintang logam tembaga sebelum dan setelah proses pelapisan ferofluida Fe_3O_4 menggunakan metoda *spin-coating* ditampilkan dalam Gambar 4.3. Dari gambar tersebut terlihat ferofluida Fe_3O_4 yang dilapisan

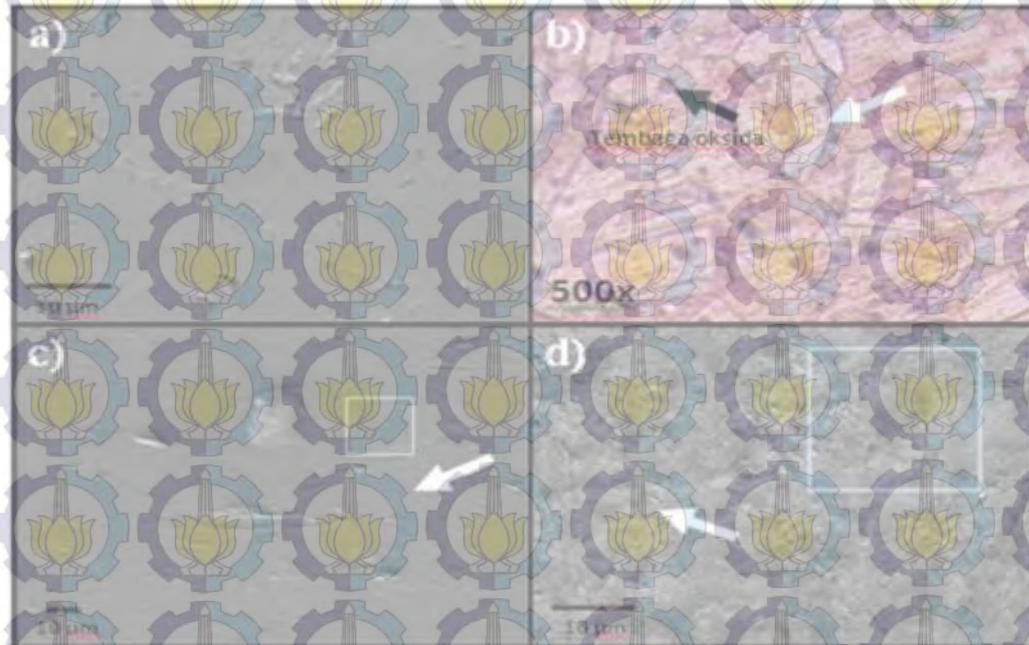
melalui teknik *spin-coating* dapat berhasil menempel pada permukaan substrat tembaga. Kesimpulan ini juga diperkuat dengan data EDX yang mendeteksi unsur Fe dan O di permukaan sampel tanpa dan dengan penambahan PEG-1000. Lapisan yang terbentuk cukup padat dan memiliki tebal lapisan 3,7 μm dengan penyebaran partikel Fe_3O_4 yang menempel pada permukaan logam tembaga tidak merata sehingga menyerupai bukit-bukit.



Gambar 4.3 Struktur mikro penampang melintang substrat tembaga menggunakan SEM dengan perbesaran 3500 \times a) sebelum proses pelapisan ferrofluida Fe_3O_4 , b) setelah proses pelapisan ferrofluida Fe_3O_4

Gambar 4.4 a) merupakan struktur mikro permukaan substrat tembaga sebelum proses pelapisan yang diuji menggunakan SEM dengan perbesaran 3500 \times sedangkan Gambar 4.4 b) memperlihatkan struktur mikro permukaan tembaga yang diuji menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 500 \times untuk melihat karakteristik dari butir logam tembaga. Pendokumentasian mikrografi permukaan substrat tembaga sebelum proses pelapisan ini penting karena dari Gambar 4.4 b) diperoleh informasi mengenai karakteristik permukaan logam tembaga yang meliputi bentuk butir yang menyerupai kotak (*equiaxed grain*) dan partikel tembaga oksida yang terdispersi (titik hitam yang ditunjukkan oleh tanda

panah berwarna hitam). Karakteristik ini sesuai dengan struktur mikro logam tembaga yang telah diberi perlakuan etsa dengan menggunakan *potassium dichromate* (Metal Handbook, 1972).



Gambar 4.4 Morfologi permukaan substrat tembaga menggunakan SEM a) sebelum dilapisi ferofluida Fe_3O_4 dengan perbesaran $3500\times$, b) sebelum dilapisi ferofluida Fe_3O_4 menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran $500\times$, c) hasil pelapisan ferofluida Fe_3O_4 tanpa penambahan PEG-1000, d) setelah proses pelapisan ferofluida Fe_3O_4 dengan penambahan PEG-1000

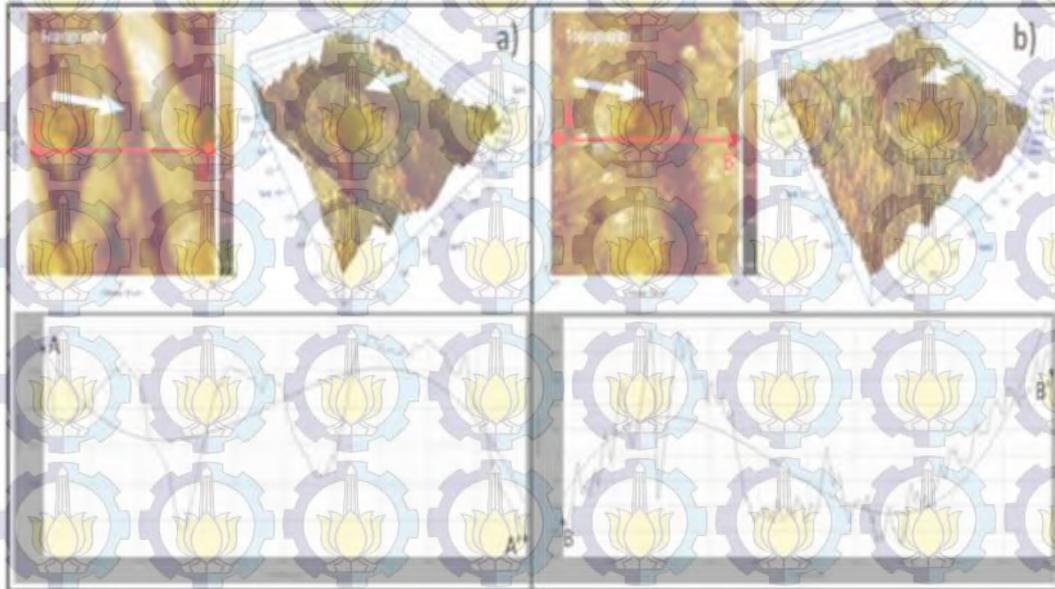
Setelah dikarakterisasi dengan mikroskop optik, permukaan logam tembaga ini kemudian diteliti lebih lanjut pada perbesaran yang lebih tinggi yaitu $3500\times$ dengan menggunakan SEM. Dari Gambar 4.4 a) tidak terlihat batas-batas butir seperti pada Gambar 4.4 b) yang artinya hasil SEM ini menunjukkan mikrografi permukaan tembaga pada bagian butir yang cukup halus dan relatif tidak ditemukan agregat partikel tembaga oksida yang besar.

Bila kedua mikrografi sebelum pelapisan dibandingkan dengan Gambar 4.4 (c dan d) yang merupakan mikrografi SEM hasil pelapisan ferofluida Fe_3O_4 dengan variasi tanpa dan dengan penambahan PEG-1000, terlihat bahwa lapisan yang terbentuk pada kedua sampel sama-sama memiliki karakteristik yang cukup padat dan secara kualitatif tingkat kekasarannya cukup tinggi serta penyebaran

partikel Fe_3O_4 menempel pada seluruh permukaan substrat baik pada butir maupun batas butir dari logam tembaga. Namun Gambar 4.4 (c dan d) masih memperlihatkan batas butir secara jelas seperti yang ditunjukkan oleh tanda panah berwarna putih. Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa partikel-partikel Fe_3O_4 memiliki kecenderungan lebih menempel pada daerah butir dan hanya sedikit yang melapisi pada batas butir. Hal ini diperkuat dengan hasil pengamatan menggunakan AFM yang berupa topografi permukaan substrat di beberapa area dari $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ sampai dengan $20 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$ menunjukkan hal yang sama (Gambar 4.5). Hasil yang sama juga didapat oleh Baqiya yang meneliti karakteristik lapisan Fe_3O_4 pada substrat aluminium dengan kecenderungan partikel Fe_3O_4 menempel pada butir-butir aluminium dan hanya ada sebagian yang menempel pada batas butiranya. Sedangkan untuk perbedaan hasil pelapisan ferofluida Fe_3O_4 dengan variasi tanpa dan dengan penambahan PEG-1000, Gambar 4.4 (c dan d) masih belum dapat memperlihatkan secara jelas perbedaan karakteristik dari lapisan Fe_3O_4 yang dihasilkan. Oleh sebab itu, kedua sampel tersebut kemudian diteliti menggunakan AFM sehingga diperoleh topografi lapisan Fe_3O_4 di area yang ditandai dengan kotak berwarna biru pada Gambar 4.4 (c dan d) sehingga diperoleh topografi 2D dan 3D seperti tampak pada Gambar 4.5 (a dan b).

Topografi lapisan Fe_3O_4 dari kedua sampel yang diuji menggunakan AFM dengan metode non kontak menunjukkan bahwa partikel Fe_3O_4 sebagian besar menempel pada butir-butir tembaga dan hanya sebagian yang menempel di batas butiranya sehingga terbentuk parit-parit seperti tampak dalam hasil 3D AFM pada Gambar 4.5 (a dan b) yang di bagian kanan atas masing-masing gambar dengan bagian batas butir seperti yang ditunjuk oleh tanda panah berwarna putih. Mikrografi tiga dimensi struktur permukaan logam tembaga yang dilapisi partikel nano Fe_3O_4 yang disintesis tanpa PEG-1000 memperlihatkan lapisan di bagian butir lebih tebal dibandingkan dengan lapisan di bagian batas butir dengan pola pelapisan yang cenderung padat (lebih sedikit bukit-bukit kecil yang terbentuk dari agregat partikel Fe_3O_4 baik di butir maupun batas butir). Sedangkan permukaan logam tembaga yang dilapisi partikel nano Fe_3O_4 yang disintesis dengan penambahan PEG-1000 memiliki struktur yang lebih banyak bukit-bukit

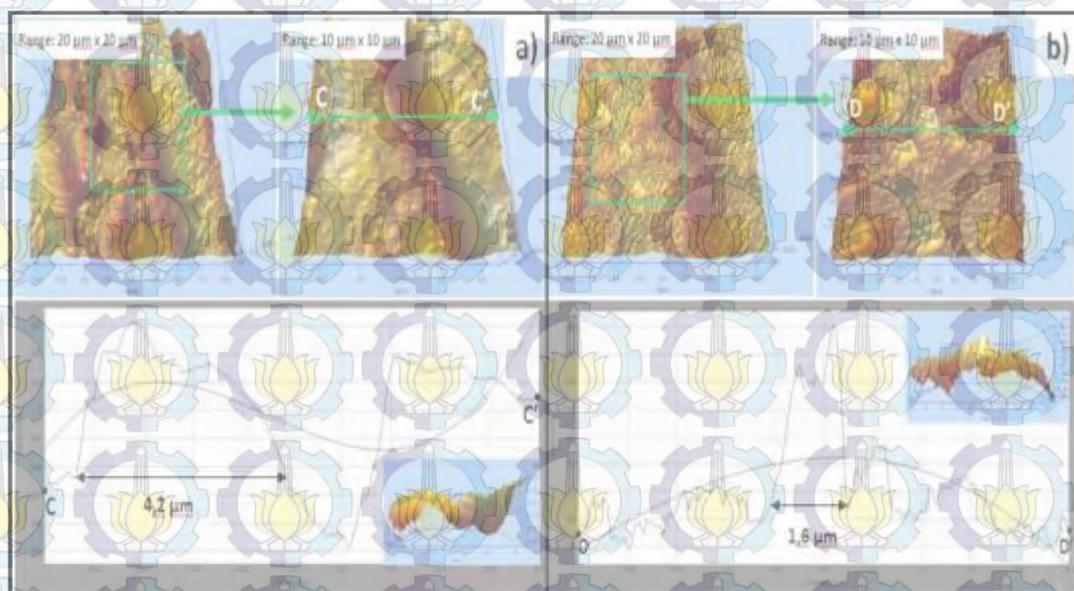
runcing kecil yang terbentuk dari agregat partikel Fe_3O_4 baik di butir maupun batas butir dengan perbedaan ketebalan lapisan di kedua bagian ini tidak terlalu signifikan. Sehingga dapat disimpulkan bahwa partikel Fe_3O_4 yang disintesis dengan penambahan PEG-1000 mampu melapisi permukaan tembaga secara lebih merata antara bagian butir dan batas butir bila dibandingkan dengan sampel tanpa penambahan PEG-1000.



Gambar 4.5 Mikrografi 2D dan 3D permukaan tembaga yang dilapisi partikel Fe_3O_4 yang disintesis a) tanpa penambahan PEG-1000, b) dengan penambahan PEG-1000

Selain itu, untuk mengetahui tingkat kekasaran secara kualitatif lapisan Fe_3O_4 di permukaan kedua sampel maka kontur permukaan di sepanjang garis AA' untuk sampel tanpa penambahan PEG-1000 dan garis BB' untuk sampel dengan penambahan PEG-1000 diteliti lebih lanjut sehingga diperoleh grafik ketinggian seperti dapat dilihat pada Gambar 4.5 (a dan b) bagian bawah. Dari grafik ketinggian tersebut dapat dilihat bahwa sampel dengan penambahan PEG-1000 memiliki puncak-puncak kecil yang lebih banyak bila dibandingkan dengan sampel tanpa penambahan PEG-1000 sehingga bisa dikatakan bahwa profil lapisan yang dibentuk oleh partikel-partikel Fe_3O_4 yang disintesis dengan penambahan PEG-1000 memiliki tingkat kekasaran yang lebih tinggi bila dibandingkan dengan lapisan yang dibentuk oleh partikel-partikel Fe_3O_4 yang disintesis tanpa penambahan PEG-1000. Perbedaan hasil pelapisan ini disebabkan

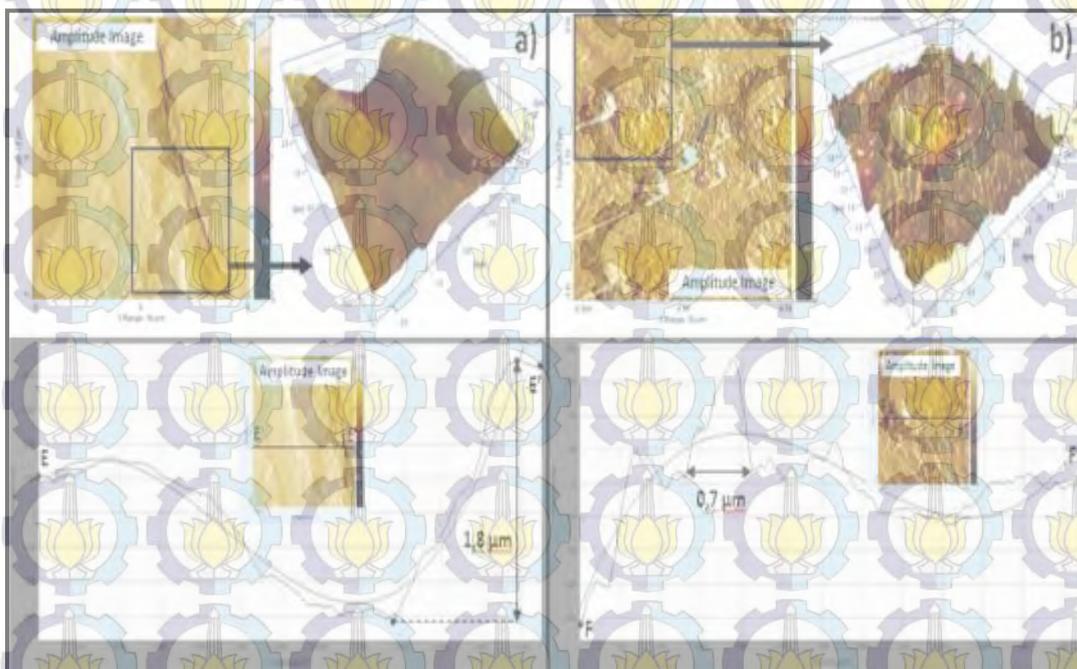
adanya perbedaan pola penyerapan antara partikel Fe_3O_4 dengan dan tanpa penambahan PEG-1000 ke permukaan substrat tembaga seperti yang sebelumnya telah digunakan untuk menafsirkan mekanisme *self-assembly* partikel nano Fe_3O_4 yang dilapisi polietilena glikol (PEG-4600) dalam suspensi air pada permukaan planar Si(Ti)O_2 dengan menggunakan *high-resolution optical waveguide lightmode spectroscopy* (OWLS). Analisis hasil mengungkapkan bahwa partikel Fe_3O_4 yang awalnya seragam secara spontan berubah menjadi dua jenis partikel yang secara signifikan memiliki perilaku adsorpsi berbeda yaitu reversibel dan ireversibel (Ansari dkk., 2011). Sedangkan penambahan partikel nano oksida besi yang tidak dilapisi PEG untuk oksida amfoter (misalnya silika) terjadi semata-mata hanya karena interaksi elektrostatik (Ramsden dan Máté, 1998).



Gambar 4.6 Struktur permukaan tembaga pada area $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$ yang dilapisi partikel Fe_3O_4 yang disintesis a) tanpa penambahan PEG-1000, b) dengan penambahan PEG-1000

Gambar 4.6 (a dan b) masing-masing secara tiga dimensi menunjukkan distribusi partikel nano Fe_3O_4 yang disintesis tanpa dan dengan penambahan PEG-1000 pada permukaan substrat dengan area $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$. Gambar hasil AFM kedua sampel ini secara jelas memperlihatkan partikel-partikel nano Fe_3O_4 yang menempel pada permukaan logam tembaga tersebar secara merata baik pada bagian butir maupun batas butir dalam bentuk *cluster* (kumpulan partikel).

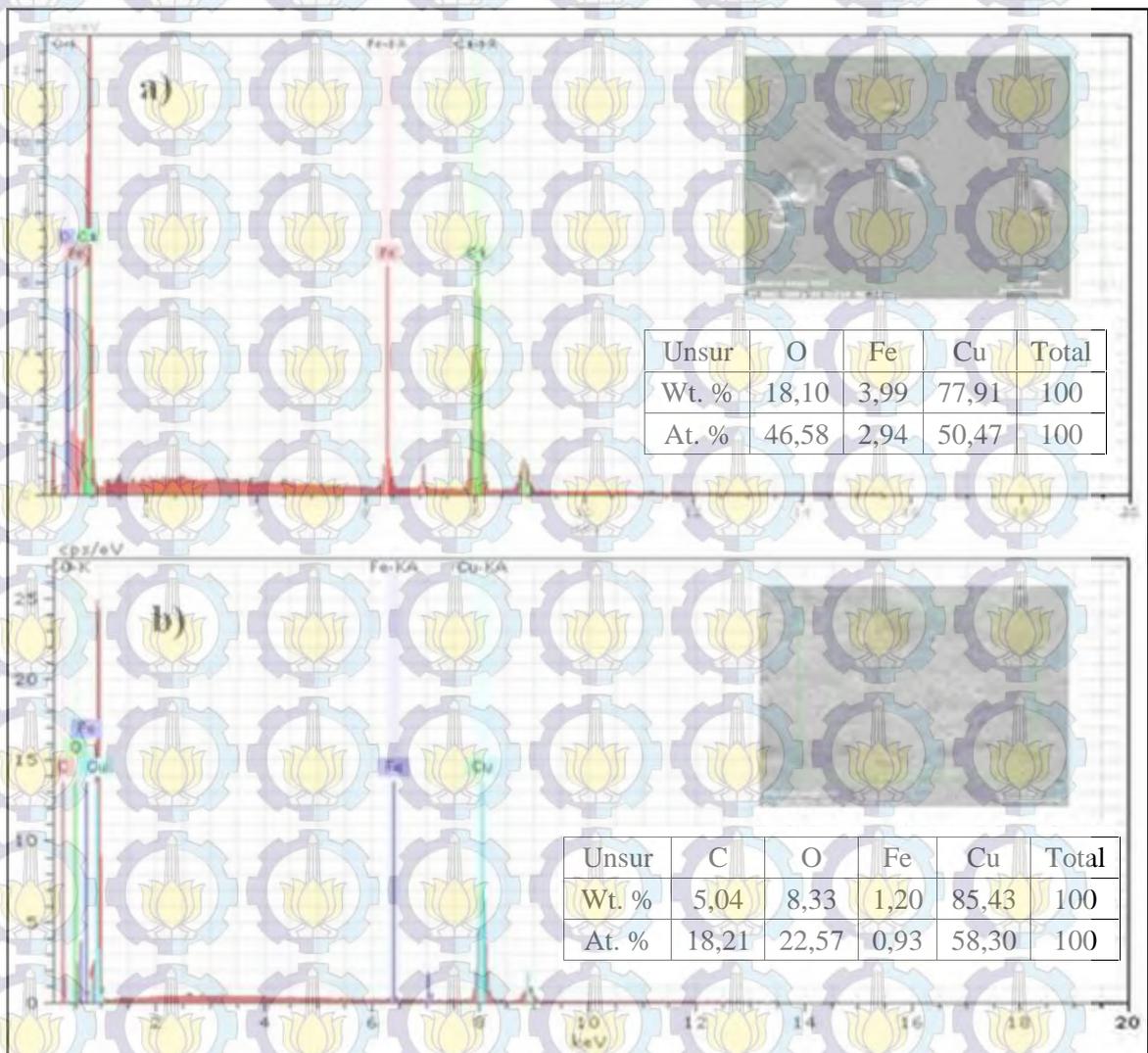
Kumpulan partikel Fe_3O_4 yang terdeteksi pada Gambar 4.6 memiliki ukuran $4,2 \mu\text{m}$ untuk sampel tanpa penambahan PEG-1000 dan $1,6 \mu\text{m}$ untuk sampel dengan penambahan PEG-1000. Hasil ini mengindikasikan pertumbuhan partikel Fe_3O_4 yang kontinu ke semua arah yang memungkinkan. Kumpulan partikel Fe_3O_4 ini terbentuk dikarenakan setelah proses *spin-coating* selesai TMAH yang berfungsi sebagai surfaktan mulai menguap sehingga partikel-partikel Fe_3O_4 yang bersifat magnetik membentuk kestabilan yang baru dengan berkumpul membentuk *cluster-cluster*.



Gambar 4.7 Struktur permukaan tembaga pada area $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ yang dilapisi partikel Fe_3O_4 yang disintesis a) tanpa penambahan PEG-1000, b) dengan penambahan PEG-1000

Amplitude Image AFM pada Gambar 4.7 (a dan b) mengungkapkan bahwa lapisan Fe_3O_4 yang terbentuk di permukaan substrat tembaga berasal dari partikel nano Fe_3O_4 yang berbentuk bulat. Hasil ini sesuai dengan hasil TEM partikel nano Fe_3O_4 yang disintesis dari pasir besi menggunakan metoda kopesipitasi yang dilakukan oleh Perdana pada tahun 2011 (Gambar 2.5). Lebih lanjut topografi 2D hasil AFM pada sampel tanpa penambahan PEG-1000 di area $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ di Gambar 4.7 a) memperlihatkan perbedaan ketebalan lapisan yang

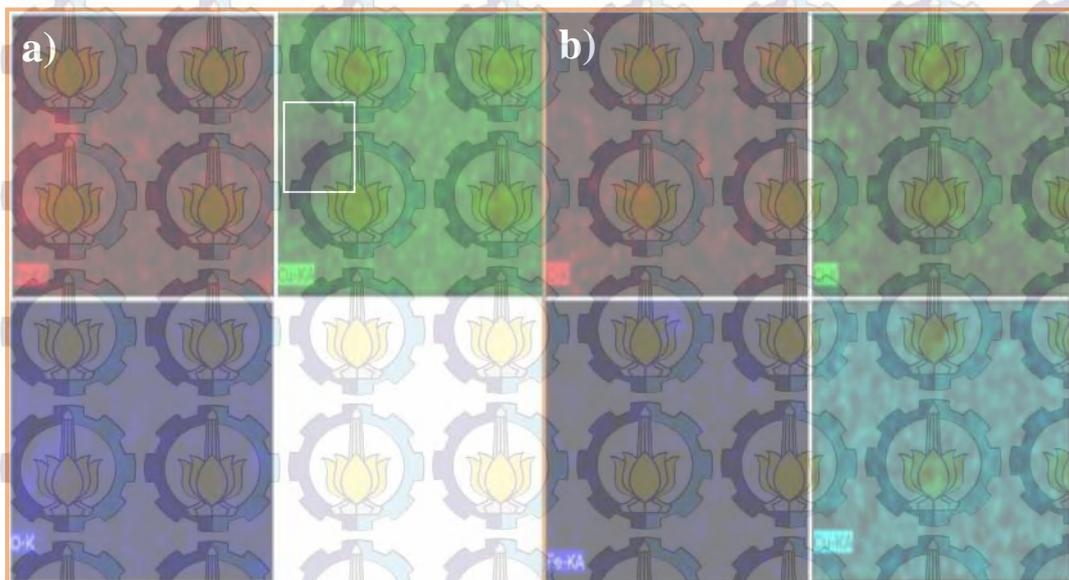
terbentuk di daerah butir dan batas butir adalah 1,8 μm . Sedangkan dari topografi 2D hasil AFM pada sampel dengan penambahan PEG-1000 di area 5 μm x 5 μm di Gambar 4.7 b) mengungkapkan *cluster* yang terbentuk dari partikel-partikel Fe_3O_4 memiliki ukuran 0,7 μm . Oleh karena itu dapat disimpulkan bahwa rentang ukuran *cluster* partikel Fe_3O_4 yang terbentuk pada sampel dengan penambahan PEG-1000 antara 0,7 μm sampai 1,6 μm .



Gambar 4.8 Analisis SEM-EDX permukaan sampel a) tanpa penambahan PEG-1000 dengan perbesaran 1000 \times , b) dengan penambahan PEG-1000 dengan perbesaran 3500 \times

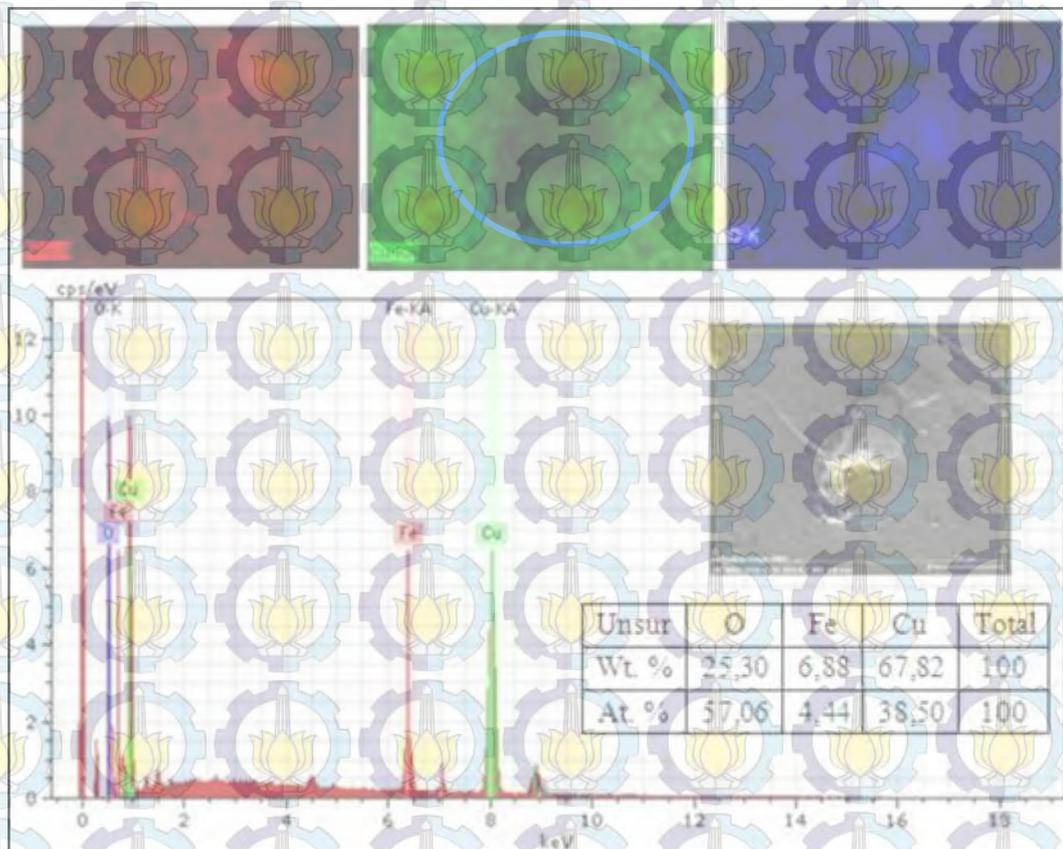
Gambar 4.8 (a dan b) memperlihatkan spektrum EDX dari sampel tanpa dan dengan penambahan PEG-1000 di area yang ditandai dengan kotak berwarna hijau pada Gambar SEM di pojok kanan atas. Grafik pada Gambar 4.8 tersebut

dengan jelas memperlihatkan puncak di daerah 0,525 keV yang merupakan energi ikat inti untuk unsur O. Sedangkan puncak yang terbentuk di 0,705 keV, 6,398 keV, dan 7,05 keV yang merupakan energi ikat inti untuk unsur Fe serta di daerah 8,040 keV dan 0,930 keV yang merupakan energi ikat inti untuk unsur Cu. Puncak-puncak ini juga muncul pada spektrum EDX untuk sampel dengan penambahan PEG Gambar 4.8 b). Hal ini mengindikasikan keberadaan unsur O dan Fe di permukaan substrat tembaga pada kedua sampel. Selain itu, terdeteksi pula puncak Cu pada spektrum EDX yang berasal dari substrat dikarenakan dalamnya penetrasi dari sinar-X. Sedangkan pada sampel dengan penambahan PEG – 1000 terdapat puncak C di 0,277 keV yang diperkirakan berasal dari PEG – 1000 yang memiliki rumus kimia $\text{HO-CH}_2 - (\text{CH}_2\text{-O-CH}_2)_n\text{-CH}_2\text{-OH}$. Hasil ini dengan jelas membuktikan keberadaan PEG – 1000 di permukaan substrat tembaga yang merupakan faktor penyebab adanya perbedaan pola hasil pelapisan antara sampel dengan dan tanpa penambahan PEG – 1000. Dari grafik ini kemudian diperoleh data persentase massa (Wt. %) dan atom (At. %) dari masing-masing unsur yang terdeteksi. Unsur Cu memiliki persentase yang paling besar baik persentase massa maupun persentase atom bila dibandingkan dengan unsur-unsur yang lain. Hal ini dikarenakan Cu merupakan substrat sehingga keberadaannya terdeteksi paling banyak.



Gambar 4.9 Profil sebaran partikel Fe_3O_4 pada permukaan logam tembaga a) tanpa penambahan PEG-1000, b) dengan penambahan PEG-1000

Kedua spektrum EDX tersebut di atas kemudian dibandingkan profil sebaran masing-masing unsur yang terdeteksi seperti ditampilkan pada Gambar 4.9. Kedua sampel baik tanpa maupun dengan penambahan PEG-1000 sama-sama memiliki sebaran partikel nano Fe_3O_4 yang merata yaitu ditandai dengan persebaran warna yang mengindikasikan unsur Fe dan O secara merata dilapisi hasil *spin-coating*. Keberadaan Fe dan O ini dipercaya merupakan partikel Fe_3O_4 . Pada sampel tanpa penambahan PEG-1000 terdeteksi adanya kumpulan partikel yang ditandai dengan kotak berwarna putih. Agregat ini akan dianalisis lebih lanjut pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Analisis permukaan substrat yang telah dilapisi partikel nano Fe_3O_4 tanpa penambahan PEG-1000 menggunakan SEM-EDX dengan perbesaran $2000\times$ serta profil persebarannya

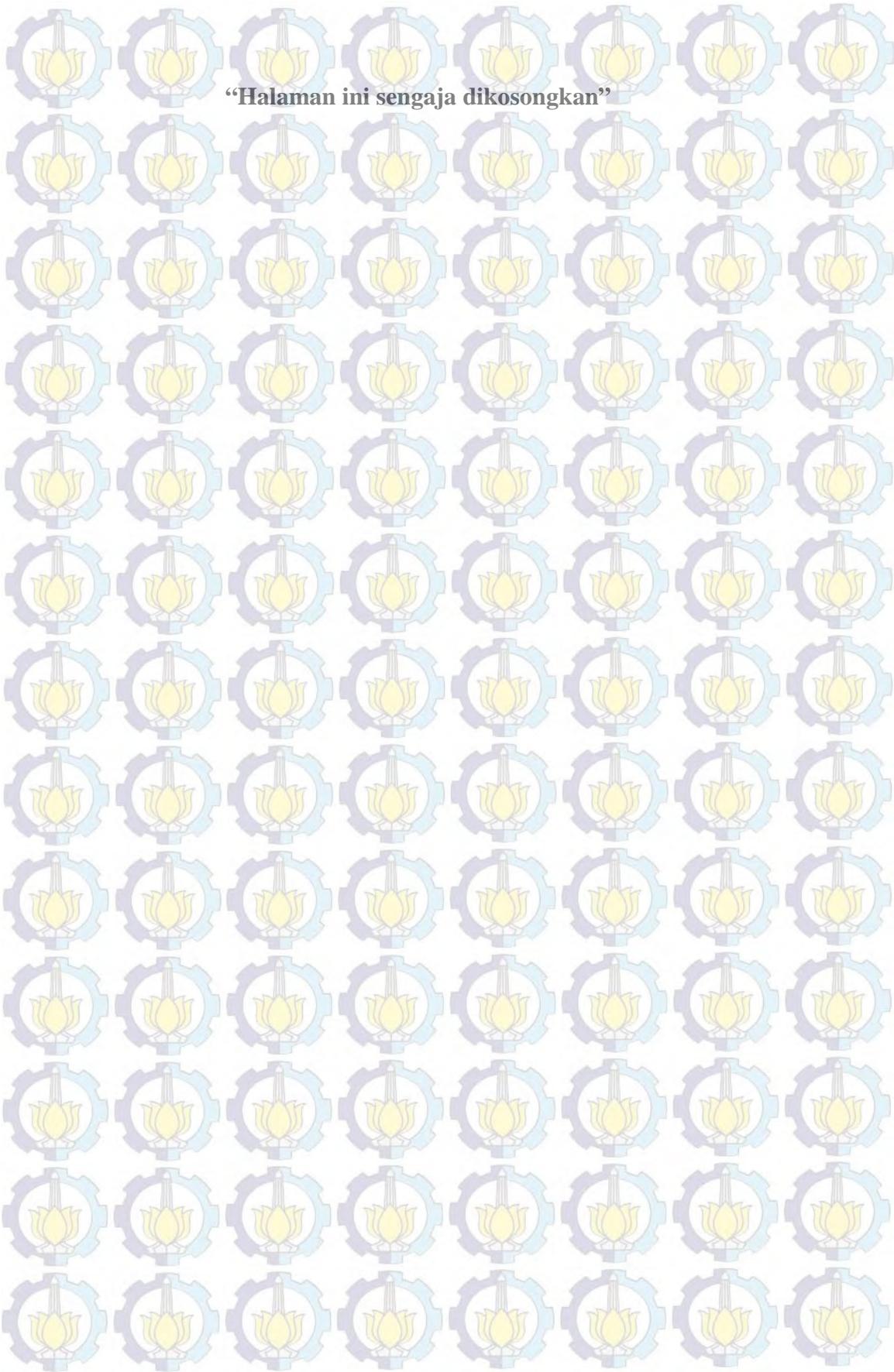
Gambar 4.10 memperlihatkan spektrum EDX dari agregat yang terbentuk pada permukaan sampel tanpa penambahan PEG-1000 seperti terlihat pada mikrografi SEM di pojok kanan atas Gambar 4.8 a). Hasil EDX ini mendeteksi

persentase atom oksigen paling banyak bila dibandingkan unsur yang lain bahkan lebih besar dibanding persentase atom Cu. Hal ini disebabkan bagian yang ditembak sinar-X merupakan agregat yang padat sehingga sinar-X tidak sampai menjangkau Cu yang berada di bawah agregat tersebut. Namun meskipun At. % Cu (38,50 %) lebih kecil dari At. % O (57,06 %) tetapi Wt. % Cu (67,82 %) lebih besar daripada Wt. % O (25,30 %). Hasil ini dikarenakan Cu memiliki massa atom yg lebih besar yaitu 63.55 satuan massa atom (sma) daripada massa atom oksigen sebesar 16 sma. Sehingga Wt. % dari Cu tentu akan lebih besar dari Wt. % O meskipun At. % nya lebih kecil dari At. % O. Oleh karena itu, Gambar 4.9 ini mampu membuktikan bahwa agregat yang terbentuk pada permukaan sampel tanpa penambahan PEG-1000 terdiri dari atom Fe dan O yang dipercaya berasal dari partikel-partikel nano Fe_3O_4 yang beraglomerasi.

Adanya aglomerasi diperjelas lagi dengan tampilan profil penyebaran masing-masing unsur yang terdeteksi oleh EDX yaitu Fe berwarna merah, Cu berwarna hijau dan O berwarna biru seperti tampak pada Gambar 4.10. Dari profil penyebaran masing-masing unsur, terlihat jelas bahwa atom Fe dan O tersebar merata berbeda dengan persebaran atom Cu di bagian tengah yang ditandai dengan lingkaran berwarna biru terdapat kumpulan titik berwarna hitam yang artinya pada bagian ini merupakan partikel-partikel Fe_3O_4 yang beraglomerasi sehingga EDX tidak mendeteksi keberadaan atom Cu pada kumpulan titik berwarna hitam ini. Namun pada dasarnya EDX tidak dapat secara akurat menentukan fasa oksida ini benar Fe_3O_4 atau bentuk oksida Fe lain yang lebih stabil (Fe_2O_3). Oleh karena itu, diperlukan analisis lebih lanjut menggunakan metode karakterisasi permukaan yang lain misalnya *X-ray photoelectron spectroscopy* (XPS) yang mampu menyediakan fasa oksida suatu unsur (kecuali hidrogen dan helium) di permukaan sampel.

Selain itu, dari ketiga data EDX di atas memperlihatkan perbandingan persentase atom O lebih besar daripada atom Fe yang melebihi perbandingan atom O dan Fe di semua bentuk oksida dari Fe (FeO , Fe_3O_4 , maupun Fe_2O_3). Oleh karena itu, penulis menduga keberadaan atom O yang besar ini tidak hanya berasal dari partikel-partikel Fe_3O_4 yang menempel di permukaan substrat tetapi juga berasal dari produk korosi. Pada penelitian sebelumnya, Baqiya mengajukan

$\text{Cu}(\text{OH})_2$ sebagai produk korosi dari bereaksinya TMAH yang mengandung ion hidroksil (-OH) dengan logam tembaga. Adanya reaksi antara TMAH dengan substrat tembaga inilah yang menyebabkan partikel Fe_3O_4 berhasil menempel pada permukaan logam tembaga. Hal ini dikarenakan ketika dalam bentuk ferrofluida, surfaktan TMAH yang merupakan molekul rantai pendek mampu membungkus partikel Fe_3O_4 sesuai dengan ilustrasi pada Gambar 2.8 dalam tinjauan pustaka. Surfaktan ini membentuk lapisan hidrofobik dengan bagian kepala melekat pada partikel dan bagian rantai karbon kontak dengan fluida pembawanya yaitu air.



BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

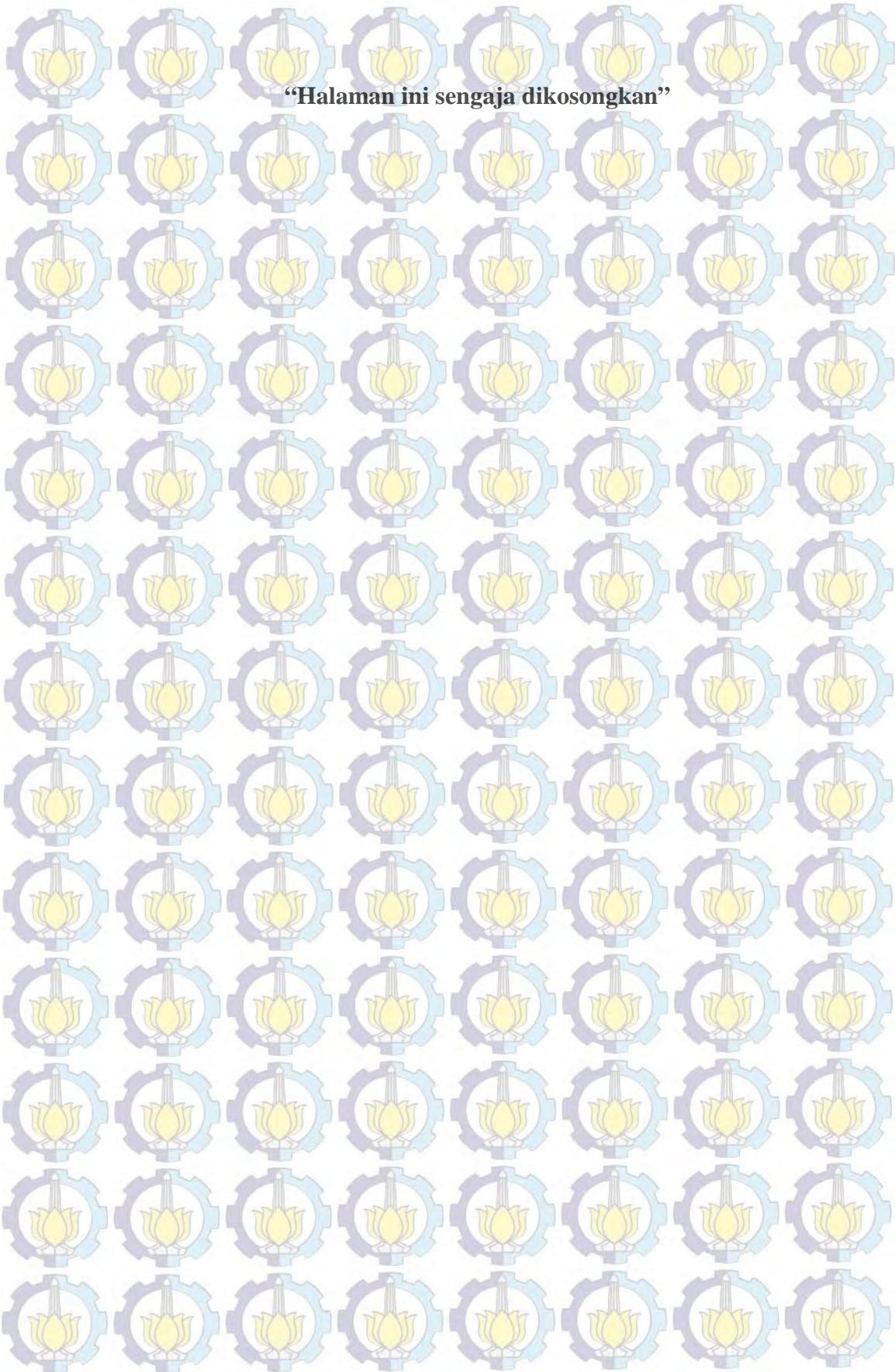
5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil analisis data dan pembahasan, beberapa hal yang dapat disimpulkan antara lain:

1. Partikel nano Fe_3O_4 yang memiliki ukuran kristal $44,0 \pm 2,9$ nm untuk sampel tanpa penambahan PEG-1000 dan $38,9 \pm 3,4$ nm untuk sampel dengan penambahan PEG-1000 telah berhasil dilapiskan pada permukaan substrat tembaga dengan karakteristik lapisan yang cukup padat dan secara kualitatif tingkat kekasarannya cukup tinggi.
2. Lapisan Fe_3O_4 terbentuk di seluruh permukaan substrat baik pada butir maupun batas butir dari logam tembaga dengan kecenderungan partikel-partikel Fe_3O_4 lebih menempel pada daerah butir dan hanya sedikit yang melapisi pada batas butir sehingga terbentuk parit-parit.
3. Mikrografi 3 dimensi struktur permukaan substrat yang dilapisi partikel nano Fe_3O_4 yang disintesis tanpa PEG-1000 memperlihatkan lapisan di bagian butir lebih tebal dibandingkan dengan lapisan di bagian batas butir.
4. Permukaan logam tembaga yang dilapisi partikel nano Fe_3O_4 yang disintesis dengan penambahan PEG-1000 memiliki struktur yang lebih banyak bukit-bukit runcing kecil yang terbentuk dari agregat partikel Fe_3O_4 baik di butir maupun batas butir dengan perbedaan ketebalan lapisan di kedua bagian ini tidak terlalu signifikan.

5.2 Saran

Saran pada penelitian selanjutnya adalah perlu dilakukan *X-ray photoelectron spectroscopy* (XPS) untuk mengamati lebih detail tentang adanya produk korosi pada permukaan logam oleh surfaktan TMAH. Uji ini akan memberikan informasi secara jelas tentang fasa-fasa apa yang ada pada permukaan substrat hasil pelapisan.



DAFTAR PUSTAKA

Ahmadi, R., Hosseini, H. R. M., Masoudi, A., Omid, H., Zangeneh, R. N., Ahmadi, M., Ahmadi, Z., Ning, G. (2013), "Effect of Concentration on Hydrodynamic Size of Magnetite-Based Ferrofluid as A Potential MRI Contrast Agent", *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, Vol. 424, hal. 113-117.

Ansari, F., Kavosh, M., Horvath, R., Ramsden, J. J. (2011), "Particle Speciation during PEG-Fe₃O₄ Hybrid Nanoparticle Self-Assembly on Si(Ti)O₂", *J. Nanopart. Res.*, Vol. 13, hal. 193-198.

Anwar, M. (2007), *Sintesis dan Karakterisasi Ferrofluida Berbahan Dasar Pasir Besi menggunakan PEG-400 sebagai Media Template*, Laporan Tugas Akhir Jurusan Fisika, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.

Aurich, K., Schwalbe, M., Clement, J. H., Weitschies, W., Buske, N. (2007), "Polyaspartate Coated Magnetite Nanoparticles for Biomedical Applications", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 311, hal. 1-5.

Baqiya, M. A. (2008), *Preparasi Partikel Nano Fe₃O₄ dan Pelapisannya Pada Logam Non Magnetik*, Tesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.

Berger, P., Adelman, N. B., Beckman, K. J., Campbel, D. J., Ellis, A. B., Lisensky, G. C. (1999), "Preparation and Properties of An Aqueous Ferrofluid", *Journal of Chemical Education*, Vol. 76, hal. 943-948.

Chen, M., Kim, B. H., Xu, Q., Ahn, B. G., Huang, D. P. (2010), "Fabrication and Performance of Anode-Supported Solid Oxide Fuel Cells Via Slurry Spin Coating", *Journal of Membrane Science*, Vol. 360, hal. 461-468.

Chia C.H., Sarani Z., R. Farahiyan, Liew T.K., Kien L.N., Mustaffa A., Sahrim A. (2008), "Size-controlled Synthesis and Characterization of Fe_3O_4 Nanoparticles by Chemical Coprecipitation Method", *Sains Malaysiana*, Vol. 37, hal. 389-394.

Du, J., Y., Gao, Chai, L., Zou, G., Li, Y., Qian, Y. (2006), "Hausmannite Mn_3O_4 Nanorods, Synthesis, Characterization and Magnetic Properties", *Institute of Physics Publishing, Nanotechnology*, Vol. 17, hal.4923–4928.

Gitter, K. dan Odenbach, S. (2011), "Experimental Investigations on A Branched Tube Model in Magnetic Drug Targeting", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 323, hal. 1413-1416.

Gnanaprakash, G., Mahadevan, S., Jayakumar, T., Kalyanasundaram, P., Philip, J., dan Raj, B. (2007), "Effect of initial pH and temperature of iron salt solutions on formation of magnetite nanoparticles", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 103, hal. 168-175.

<http://news.liputan6.com/read/138678/reklamasi-pantai-luas-singapura-ertambah>;
1 Mei 2013: pukul 09.29.

<http://www.tempoco.com/read/news/2012/01/16/090377732/Cadangan-Pasir-Besi-Lumajang-Terluas-di-Indonesia>, 29 April 2013: pukul 16.21.

<http://www.lumajang.go.id/artikel1.php?nid=545>, 1 Mei 2013: pukul 10.07.

<http://en.wikipedia.org/wiki/Ironsand>; 11 November 2013: pukul 11.25.

http://en.wikipedia.org/wiki/Polyethylene_glycol, 11 November 2013: pukul 16.57.

<http://en.wikipedia.org/wiki/Ferrofluid>, 11 November 2013: pukul 12.13.

<http://nl.wikipedia.org/wiki/Spincoating>; 11 November 2013: pukul 11.24.

<http://www.brewerscience.com/uploads/downloads/cee/spintheory.pdf>; 11 November 2013: pukul 14.43.

Iida, H., Kosuke T., Takuya N., Tetsuya O. (2007), "Synthesis of Fe₃O₄ Nanoparticles with Various Sizes and Magnetic Properties by Controlled Hydrolysis", *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. 314, hal. 274-280.

Kim, H. J., Lee, J. H., Sohn, I. H., Hwang, T. J., Lee, K. Y. (2002), "Preparation of Tungsten Metal Film by Spin Coating Method", *Korea-Australia Rheology Journal*, Vol. 14, No. 2, hal. 71-76.

Lian, S., Kang, Z., Wang, E., Jiang, M., Hu, C., Xu, L. (2003), "Convenient Synthesis of Single Crystalline Magnetic Fe₃O₄ Nanorods", *Solid State Communications*, Vol.127, hal. 605-608.

Mehl, R. F. (1972), *Metals Handbook*, 8th edition, Volume 7 Atlas of Microstructures of Industrial Alloys, American Society for Metals, Ohio.

Milecki, A. dan Hauke, M. (2012), "Application of Magnetorheological Fluid in Industrial Shock Absorbers", *Mechanical Systems and Signal Processing*, Vol. 28, hal. 528-541.

Morlens, S., Ortega, L., Rousseau, B., Phok, S., Deschanvre, J. L., Chaudouet, P., Odier, P. (2003), "Use of Cerium Ethylhexanoate Solutions for Preparation of CeO₂ Buffer Layers by Spin Coating", *Materials Science and Engineering B*, Vol. 104, hal. 185-191.

Mukhopadhyay, A., Joshi, N., Chattopadhyay, K., De, G. (2012), "A Facile Synthesis of PEG-coated Magnetite (Fe₃O₄) Nanoparticles and Their Prevention of The Reduction of Cytochrome C", *Appl. Mater*, Vol. 4, hal. 142-149.

Odenbach, S. (2003), "Ferrofluids-magnetically controlled suspensions", *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, Vol.217, hal. 171-178.

Perdana, F. A. (2010), *Sintesis dan Karakterisasi Partikel Nano Fe₃O₄ dengan Template PEG-1000*, Laporan Tugas Akhir Jurusan Fisika, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.

Perdana, F. A., Baqiya, M. A., Mashuri, Triwikantoro, Darminto (2011), “Sintesis Nanopartikel Fe₃O₄ dengan Template PEG-1000 dan Karakterisasi Sifat Magnetiknya”, *Jurnal Material dan Energi Indonesia*, Vol. 1, hal. 1-6.

Pompeo, G., Girasole, M., Cricenti, A., Cattaruzza, F., Flamini, A., Prospero, T., Generosi, J., Castellano, A. C. (2005), “AFM Characterization of Solid-Supported Lipid Multilayers Prepared by Spin-Coating”, *Biochimica et Biophysica Acta*, Vol. 1712, hal. 29-36.

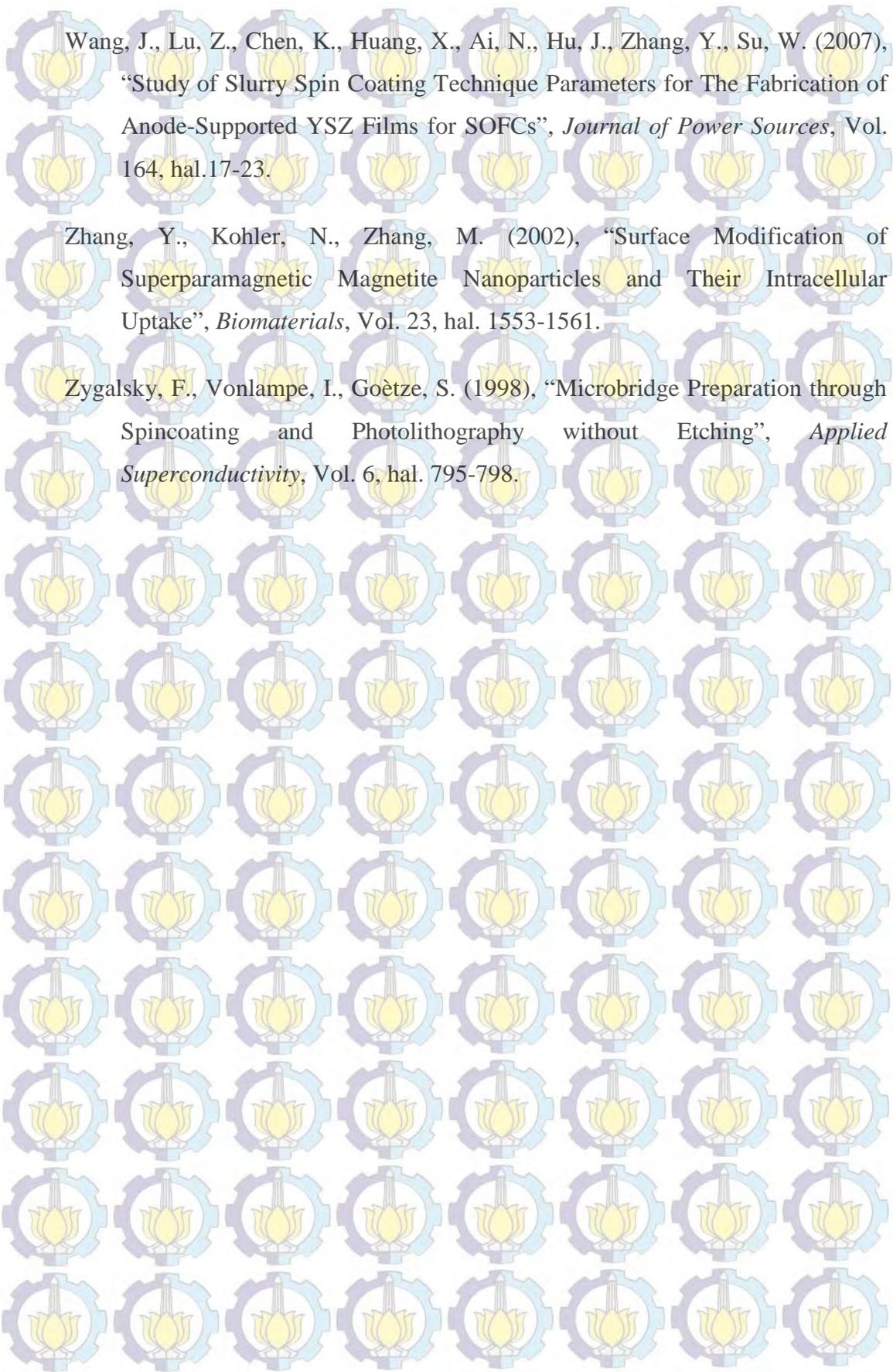
Ramsden, J. J., Máté, M. (1998), “Kinetics of Monolayer Particle Deposition”, *J. Chem. Soc. Faraday Trans.*, Vol. 94, hal. 783-788.

Scherer, C., dan Neto, A. M. F. (2005), “Ferrofluids: Properties and Applications”, *Brazilian Journal of Physics*, Vol. 35, No. 3A, hal. 718-727.

Schmidt, H., dan Mennig, M. (2000), *Wet Coating Technologies for Glass*, Tutorial Proses Spin Coating, Institut für Neue Materialien, Saarbrücken, Jerman.

Sreedhar, B. K., Kumar, R. N., Sharma, P., Ruhela, S., Philip, J., Sundarraj, S. I., Chakraborty, N., Mohana, M., Sharma, V., Padmakumar, G., Nashine, B. K., Rajan, K. K. (2013), “Development of Active Magnetic Bearings and Ferrofluid Seals toward Oil Free Sodium Pumps”, *Nuclear Engineering and Design*, Vol. 265, hal. 1166-1174.

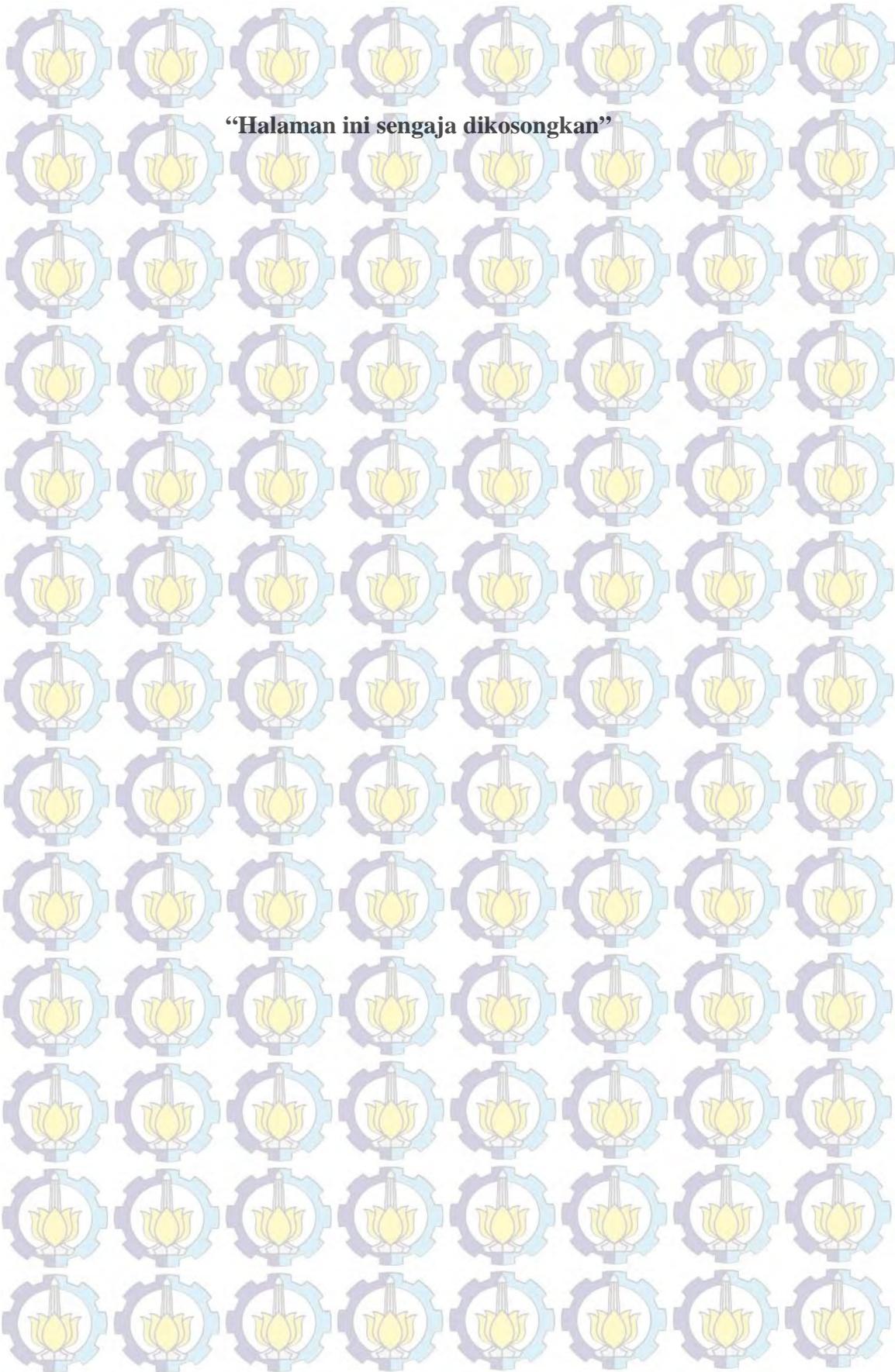
Taufiq, A., Triwikantoro, Pratapa S., Darminto (2008), “Sintesis Partikel Nano Fe_{3-x}Mn_xO₄ Berbasis Pasir Besi dan Karakterisasi Struktur serta Kemagnetannya”, *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, Vol. 1, No. 2, hal. 67-73.



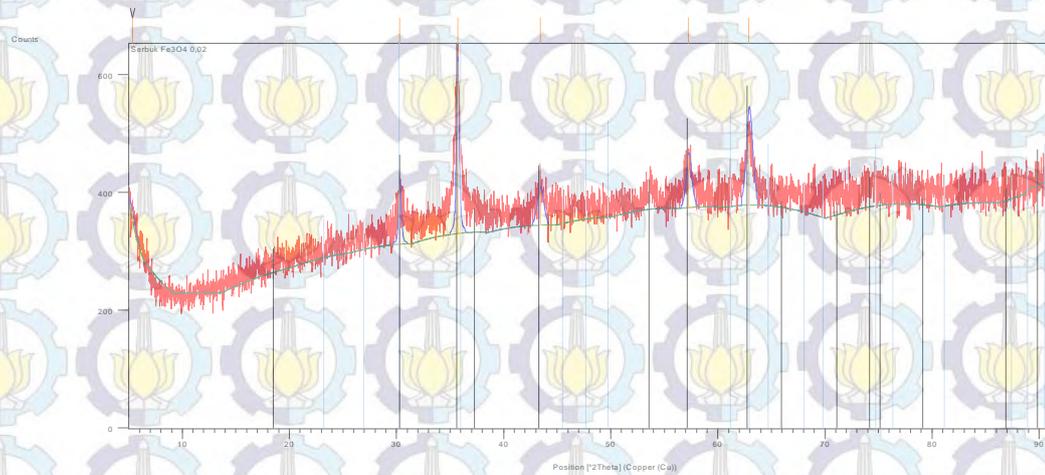
Wang, J., Lu, Z., Chen, K., Huang, X., Ai, N., Hu, J., Zhang, Y., Su, W. (2007), “Study of Slurry Spin Coating Technique Parameters for The Fabrication of Anode-Supported YSZ Films for SOFCs”, *Journal of Power Sources*, Vol. 164, hal.17-23.

Zhang, Y., Kohler, N., Zhang, M. (2002), “Surface Modification of Superparamagnetic Magnetite Nanoparticles and Their Intracellular Uptake”, *Biomaterials*, Vol. 23, hal. 1553-1561.

Zygalsky, F., Vonlampe, I., Goëtze, S. (1998), “Microbridge Preparation through Spincoating and Photolithography without Etching”, *Applied Superconductivity*, Vol. 6, hal. 795-798.



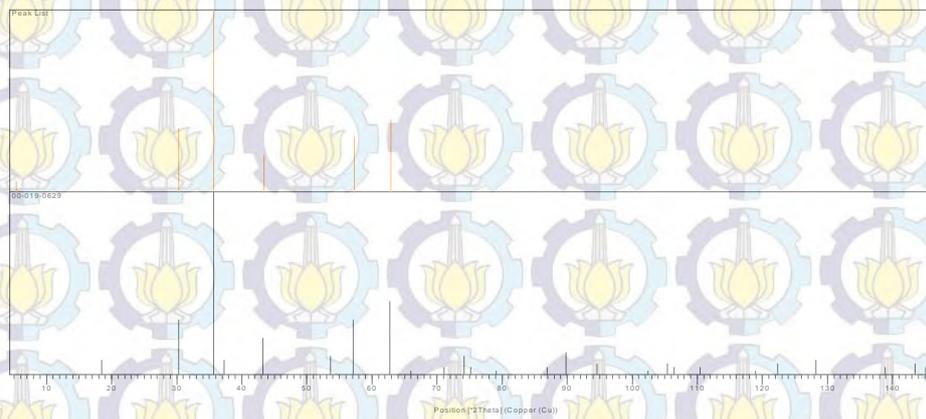
Lampiran A Hasil Pencocokan Pola Difraksi Sampel Tanpa Penambahan PEG-1000 dengan Database *Software X'pert Highscore*



Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	Tip width [°2Th.]	Matched by
5.3532	16.71	0.8029	16.50885	5.74	0.9635	
30.3017	101.34	0.2676	2.94970	34.81	0.3212	00-019-0629
35.7017	291.13	0.2676	2.51496	100.00	0.3212	00-019-0629
43.4124	59.66	0.6691	2.08448	20.49	0.8029	00-019-0629
57.2648	88.23	0.5353	1.60884	30.31	0.6424	00-019-0629
62.9082	115.61	0.6528	1.47619	39.71	0.7834	00-019-0629

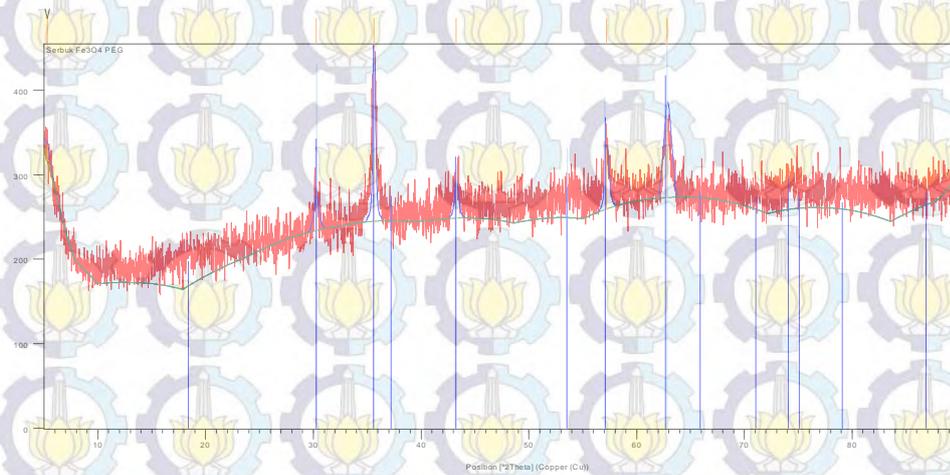
Plot of Identified Phases:



Identified Patterns List:

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	00-019-0629	47	Magnetite, syn	0.198	0.772	Fe ₂ O ₄

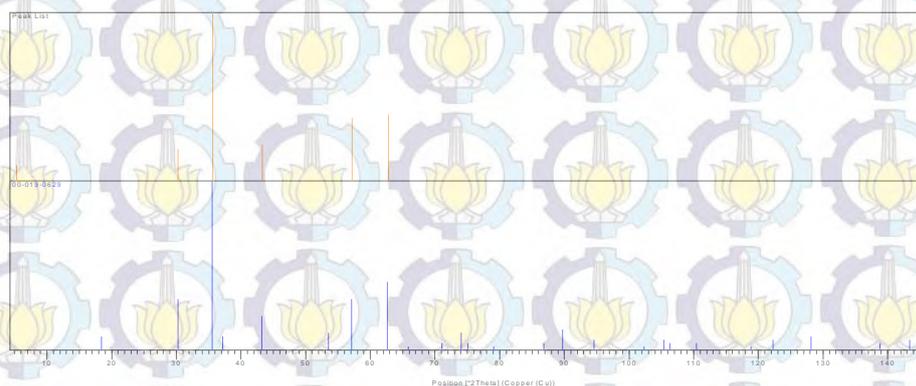
Lampiran B Hasil Pencocokan Pola Difraksi Sampel dengan Penambahan PEG-1000 dengan Database Software X'pert Highscore



Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	Tip width [°2Th.]	Matched by
5.3150	18.05	0.6691	16.62735	9.25	0.8029	
30.2771	37.06	0.5353	2.95204	18.98	0.6424	00-019-0629
35.6333	195.27	0.2676	2.51963	100.00	0.3212	00-019-0629
43.2632	41.97	0.4015	2.09132	21.49	0.4818	00-019-0629
57.2229	72.64	0.4015	1.60992	37.20	0.4818	00-019-0629
62.8350	76.84	0.8160	1.47773	39.35	0.9792	00-019-0629

Plot of Identified Phases:



Identified Patterns List:

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	00-019-0629	40	Magnetite, syn	0.138	0.794	Fe Fe ₂ O ₄

BIODATA PENULIS



Penulis lahir di Lamongan pada tanggal 20 November 1988. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Al Latifiyah 1 Lamongan, SD Negeri 018 Tenggarong Kaltim kemudian dilanjutkan di SLTP Negeri 1 Lamongan dan SMA Negeri 2 Lamongan. Setelah lulus SMA, penulis melanjutkan Pendidikan Tinggi di Jurusan Fisika Fakultas MIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya melalui jalur Penelusuran Minat Dan Kemampuan (PMDK) Reguler pada bulan Juli 2006. Selama kuliah, penulis pernah mengikuti beberapa seminar diantaranya seminar nasional Magnet 2009 dan International Symposium on Advanced Materials and Applications (ISAMA 2010) dan pernah menjadi asisten laboratorium Fisika Dasar. Penulis juga merupakan peraih IPS Tertinggi Angkatan 2006 Program sarjana Jurusan FISIKA FMIPA-ITS pada semester Genap 2007/2008 dan penulis sempat berprestasi dalam ajang karya tulis ilmiah sebagai juara 2 Kompetisi Karya Tulis Mahasiswa Bidang Pendidikan Tingkat Institut ITS Tahun 2008. Penulis menamatkan studi S1 pada tahun 2011 dengan mengambil Tugas Akhir pada bidang Fisika Bahan.