

TUGAS AKHIR - SF184801

**PENGARUH KONSENTRASI SDBS DAN FASA ZIRKONIA
TERHADAP KONDUKTIVITAS LISTRIK KOMPOSIT
POLIANILIN/ZIRKONIA**

M AFFAN CHADZIQ ASHARI

NRP 01111840000054

Dosen Pembimbing

Prof. Dr. rer. nat. Triwikantoro M.Sc.

NIP 196601141990021001

Program Studi Sarjana

Departemen Fisika

Fakultas Sains dan Analitika Data

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Surabaya

2022



TUGAS AKHIR - SF184801

**PENGARUH KONSENTRASI SDBS DAN FASA ZIRKONIA
TERHADAP KONDUKTIVITAS LISTRIK KOMPOSIT
POLIANILIN/ZIRKONIA**

M AFFAN CHADZIQ ASHARI

NRP 01111840000054

Dosen Pembimbing

Prof. Dr. rer. nat. Triwikantoro M.Sc.

NIP 196601141990021001

Program Studi Sarjana

Departemen Fisika

Fakultas Sains dan Analitika Data

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Surabaya

2022



FINAL PROJECT - SF184801

**EFFECT OF SDBS CONCENTRATION AND ZIRCONIA
PHASE ON THE ELECTRICAL CONDUCTIVITY OF
POLYANILINE/ZIRCONIA COMPOSITE**

M AFFAN CHADZIQ ASHARI

NRP 01111840000054

Dosen Pembimbing

Prof. Dr. rer. nat. Triwikantoro M.Sc.

NIP 196601141990021001

Bachelor Program

Department of Physics

Faculty of Science and Data Analytics

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Surabaya

2022

LEMBAR PENGESAHAN

PENGARUH KONSENTRASI SDBS DAN FASA ZIRKONIA TERHADAP KONDUKTIVITAS LISTRIK KOMPOSIT POLIANILIN/ZIRKONIA

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat
memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si.) pada

Program Studi S-1 Fisika

Departemen Fisika





Fakultas Sains dan Analitika Data

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh : **M AFFAN CHADZIQ ASHARI**

NRP. 0111184000054

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

- | | | |
|---|------------|---|
| 1. Prof. Dr. rer. nat. Triwikantoro M.Sc. | Pembimbing |  |
| 2. Linda Silvia, M.Si. | Penguji |  |
| 3. Dr. Mochamad Zainuri, M.Si. | Penguji |  |
| 4. Endarko, Ph.D. | Penguji |  |



PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama mahasiswa / NRP : M Affan Chadziq Ashari/0111184000054
Program studi : Fisika
Dosen Pembimbing / NIP : Prof. Dr. rer. nat. Triwikantoro M.Sc.
/196601141990021001

dengan ini menyatakan bahwa Tugas Akhir dengan judul “PENGARUH KONSENTRASI SDDBS DAN FASA ZIRKONIA TERHADAP KONDUKTIVITAS LISTRIK KOMPOSIT POLIANILIN/ZIRKONIA” adalah hasil karya sendiri, bersifat orisinal, dan ditulis dengan mengikuti kaidah penulisan ilmiah.

Bilamana di kemudian hari ditemukan ketidaksesuaian dengan pernyataan ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai dengan ketentuan yang berlaku di Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

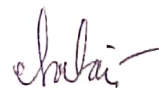
Surabaya, Juli 2022

Mengetahui
Dosen Pembimbing

Mahasiswa



Prof. Dr. rer. nat. Triwikantoro, M.Sc.
NIP. 196601141990021001



M Affan Chadziq Ashari
NRP. 0111184000054

ABSTRAK

PENGARUH KONSENTRASI SDBS DAN FASA ZIRKONIA TERHADAP KONDUKTIVITAS LISTRIK KOMPOSIT POLIANILIN/ZIRKONIA

Nama Mahasiswa / NRP : M Affan Chadziq Ashari/ 01111840000054
Departemen : Fisika FSAD - ITS
Dosen Pembimbing : Prof. Dr. rer. nat. Triwikantoro M.Sc.

Abstrak

Komposit PANI/ZrO₂ telah disintesis menggunakan metode polimerisasi *in-situ* dengan pengisi nanopartikel ZrO₂. Zirkonia amorf disintesis dari pasir puya menggunakan metode alkali dan kopresipitasi, sedangkan polianilin disediakan menggunakan metode polimerisasi emulsi dari anilin dengan SDBS sebagai oksidannya. Struktur dan morfologi material dasar dan komposit dikarakterisasi menggunakan *Fourier-Transform Infrared* (FTIR) dan *X-Ray Diffraction* (XRD). Konduktivitas listrik ac diuji menggunakan RCL Meter. Hasil pengamatan FTIR menunjukkan bahwa PANI dan nanopartikel ZrO₂ tidak tercampur, akan tetapi puncak serapan inframerah teramati pada ZrO₂ dan PANI. Analisis XRD mengkonfirmasi terbentuknya komposit PANI/ZrO₂ ditandai dengan terjadinya penurunan intensitas puncak terdifraksi pada komposit dibandingkan dengan intensitas awal puncak ZrO₂. Pengukuran konduktivitas listrik komposit PANI/ZrO₂ menunjukkan bahwa terjadi perubahan nilai konduktivitas listrik Komposit PANI/ZrO₂, dibanding dengan matriks PANI. Nilai konduktivitas listrik PANI, PANI/a-ZrO₂, dan PANI/m-ZrO₂ pada frekuensi 30 KHz adalah $1,09 \times 10^{-1}$ S/m, $9,65 \times 10^{-2}$, S/m, $1,23 \times 10^{-1}$ S/m secara berurutan.

Kata kunci: Komposit, Konduktivitas Listrik, PANI, Polimerisasi, Zirkonia.

ABSTRACT

EFFECT OF SDBS CONCENTRATION AND ZIRCONIA PHASE ON THE ELECTRICAL CONDUCTIVITY OF POLYANILINE AND POLYANILINE/ZIRCONIA COMPOSITE

Student Name / NRP : M Affan Chadziq Ashari/ 01111840000054
Department : Physics FSAD - ITS
Advisor : Prof. Dr. rer. nat. Triwikantoro M.Sc

Abstract

The PANI/ZrO₂ composite was synthesized using the in-situ polymerization method with ZrO₂ nanoparticle filler. Amorphous zirconia was synthesized from puya sand using alkali fusion and coprecipitation methods, while polyaniline was prepared using emulsion polymerization method from aniline with SDBS as the oxidant. The structure and morphology of the basic materials and composites were characterized using Fourier-Transform Infrared (FTIR) and X-Ray Diffraction (XRD). The ac electrical conductivity was tested using an RCL Meter. FTIR observations showed that PANI and ZrO₂ nanoparticles were not mixed, however absorption peaks were observed in ZrO₂ and PANI. XRD analysis confirmed the formation of PANI/ZrO₂ composites identified by a decrease in the intensity of the diffraction peaks in the composite compared to the initial intensity of the m-ZrO₂ peaks. Measurement of the electrical conductivity of the PANI/ZrO₂ composite showed that there was a change in the electrical conductivity of the PANI/ZrO₂ composite, compared to the PANI matrix. The electrical conductivity values of PANI, PANI/a-ZrO₂, and PANI/m-ZrO₂ at a frequency of 30 KHz are 1.09×10^{-1} S/m, 9.65×10^{-2} , S/m, 1.23×10^{-1} S/m respectively.

Keywords: Composite, Electrical Conductivity, PANI, Polymerization, Zirconia.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa karena atas berkat dan rahmat-Nya, penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir ini yang berjudul **“PENGARUH KONSENTRASI SDBS DAN FASA ZIRKONIA TERHADAP KONDUKTIVITAS LISTRIK KOMPOSIT POLIANILIN/ZIRKONIA”**. Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada pihak-pihak yang telah membimbing, membantu dan mendukung atas penyusunan tesis ini, diantaranya:

1. Kedua orang tua penulis, Bapak Suyanto dan Ibu Siti Nur Imtihanah yang selalu memberikan dukungan kepada penulis selama studi hingga penyusunan tesis.
2. Prof. Dr. rer. nat. Triwikantoro, M. Sc. sebagai dosen wali dan dosen pembimbing tesis yang telah membimbing hingga selesainya penyusunan tesis.
3. Dr. Gatut Yudhoyono, M. T. sebagai Kepala Departemen Fisika yang telah mendukung dalam penyusunan tesis.
4. Seluruh dosen dan staff Departemen Fisika ITS yang telah memberikan ilmu dan bimbingannya selama masa perkuliahan.
5. Tim riset Zirkonia yang selalu membimbing, membantu, mendukung dan kerjasama hingga terselesaikannya Tugas Akhir ini dengan baik.
6. Teman-teman Fisika bidang material, yang telah memberikan bantuan dan dukungan kepada penulis dalam penelitian Tugas Akhir hingga penyelesaian laporan Tugas Akhir.
7. Laboratorium Material Maju, Departemen Fisika, ITS

Dalam penulisan tugas akhir ini, penulis menyadari bahwa masih ada kekurangan. Kritik dan saran akan sangat bermanfaat bagi penulis untuk menjadi bahan evaluasi dalam penulisan suatu laporan penelitian. Demikian yang penulis dapat sampaikan, semoga tugas akhir ini dapat berguna bagi setiap orang yang membacanya.

30 Juli 2022

Penulis

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN	i
PERNYATAAN ORISINALITAS	iii
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vii
KATA PENGANTAR	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL	xv
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan	2
1.5 Manfaat	2
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	3
2.1 Hasil Penelitian Terdahulu	3
2.2 Dasar Teori	5
2.2.1 Zirkonia	5
2.2.2 Polianilin (PANI)	6
2.2.3 Metode Emulsi untuk PANI	7
2.2.4 Metode Dekomposisi Pasir Zirkon	7
2.2.5 Komposit	8
BAB 3 METODOLOGI	11
3.1 Urutan Pelaksanaan Penelitian	11
3.1.1 Diagram Alir Penelitian	11
3.2 Bahan dan Peralatan yang Digunakan	14
3.2.1 Alat yang Digunakan	14
3.2.2 Bahan yang Digunakan	14
3.3 Metode yang digunakan	14
3.3.1 Sintesis ZrO ₂	14
3.3.2 Sintesis PANI dan Komposit PANI/ZrO ₂	15
3.4 Karakterisasi Sampel	16
	xi

3.4.1	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	16
3.4.2	<i>Fourier Transform Infrared (FTIR)</i>	16
3.4.3	Konduktivitas Listrik	16
BAB 4	HASIL DAN PEMBAHASAN	17
4.1	Hasil Karakterisasi	17
4.1.1	Hasil Pengujian dan Analisis X-Ray Diffraction (XRD)	17
4.1.2	Hasil Pengujian dan Analisis FTIR	19
4.2	Hasil Pengukuran dan Analisis Konduktivitas Listrik	22
4.2.1	Konduktivitas Listrik PANI	22
4.2.2	Konduktivitas Listrik Komposit	23
BAB 5	KESIMPULAN DAN SARAN	25
5.1	Kesimpulan	25
5.2	Saran	25
	DAFTAR PUSTAKA	27
	LAMPIRAN	29

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Representasi skema dari berbagai karakteristik geometris dan spasial partikel fase terdispersi yang dapat mempengaruhi sifat komposit	9
Gambar 2.2 Skema klasifikasi untuk berbagai jenis komposit	9
Gambar 3.1 Diagram alir Sintesis α -ZrO ₂	11
Gambar 3.2 Diagram alir Sintesis PANI	12
Gambar 3.3 Diagram alir Sintesis PANI/ZrO ₂	13
Gambar 3.4 Skema rangkaian equivalen resistor-kapasitor	16
Gambar 4.1 Pola XRD dari Zirkonia amorf dan Zirkonia monoklinik	17
Gambar 4.2 Hasil Refinement dari Kurva Sampel terhadap Kurva Referensi	18
Gambar 4.3 Pola XRD dari PANI, Zirkonia amorf, dan komposit PANI/ZrO ₂	19
Gambar 4.4 Perbandingan Spektra FTIR PANI, PANI/ZrO ₂ , dan ZrO ₂	20
Gambar 4.5 Grafik konduktivitas listrik PANI dengan variasi konsentrasi SDBS	23
Gambar 4.6 Grafik konduktivitas listrik komposit PANI/ZrO ₂ dengan variasi filler	24

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Gugus Fungsi pada PANI, ZrO₂, dn PANI/ZrO₂

21

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Polimer kelas baru yang memiliki konduktivitas listrik seperti logam dan masih memiliki sifat polimer pada umumnya, memiliki potensi aplikasi yang luas di berbagai bidang seperti baterai isi ulang, penyimpanan dan konversi energi, rekayasa jaringan organ, sel surya, sensor dan biosensor (Balint dkk., 2014), dioda pemancar cahaya (Saranya dkk., 2015), sel fotovoltaiik, pelapis penyerapan gelombang mikro, dan perlindungan korosi (Olad & Ramazani, 2012; Q. Wang dkk., 2017). PANI adalah salah satu polimer konduktif yang akhir-akhir ini banyak diteliti untuk dimanfaatkan diberbagai bidang, dikarenakan ketersediaan bahan baku yang murah dan mudah, rute sintesis yang sederhana, stabilitas lingkungan yang baik, konduktivitas listrik yang dapat dikontrol, dan sifat redoks yang menarik terkait dengan rantai nitrogen (Zhao dkk., 2011).

Secara umum, PANI dapat disintesis melalui polimerisasi oksidatif kimia anilin dengan beberapa teknik seperti berair, dispersi, emulsi, emulsi terbalik, jalur polimerisasi antarmuka, dan teknik polimerisasi elektrokimia. Teknik polimerisasi enzimatik juga bisa digunakan. Zhao, dkk. (2011) meneliti pengaruh perbandingan molar anilin dan *Sodium DodecylBenzene Sulfonate* SDBS pada konduktivitas PANI yang terbentuk dengan perbandingan molar anilin dan SDBS, 1 banding 1 akan menghasilkan konduktivitas listrik paling optimal, sedangkan perbandingan molar anilin dengan SDBS kurang atau lebih dari 1 banding 1 akan menghasilkan konduktivitas listrik yang tidak optimal.

Sementara itu zirkonia, ZrO_2 merupakan keramik tahan api yang memiliki konduktivitas panas rendah, kekerasan dan densitas tinggi, serta polimorf yang baik. Zirkonia merupakan mineral yang jarang ditemukan di alam dalam bentuk kristal ZrO_2 . Material ini ditemukan secara alami sebagai kristal ZrO_2 dalam mineral baddeleyite, dan memiliki struktur kristal monoklinik. Zirkonia jarang ditemukan dengan zirkon karena terbentuk pada batuan dengan silikat tak jenuh. Jika silika pada batuan tersebut jenuh atau jenuh, maka yang terdapat pada batuan tersebut bukan lagi kristal zirkonia melainkan kristal zirkon. Kristal zirkon ($ZrSiO_4$) adalah mineral utama untuk memproduksi zirkonia. Zirkon ditemukan di mana-mana di kerak bumi dengan kandungan sekitar 25%. Ini adalah elemen umum dari sebagian besar pasir sehingga biasanya ditemukan di endapan sedimen. Banyak mineral zirkon ditemukan di alam sebagai pasir zirkon. Penambangan pasir ini, baik secara legal maupun ilegal, banyak ditemukan di kawasan Kereng Pangi (Kalimantan Tengah). Berbagai teknik ekstraksi zirkonia dari zirkon telah diusulkan dalam literatur, termasuk ekstraksi dengan oksida dasar, peleburan reduktif klorinasi dan pencernaan alkali. Karya ini telah memproses zirkon (pasir Puya) dengan alkali fusion. Prinsip metode alkali fusion adalah membongkar ikatan kimia pada bahan dengan menggunakan senyawa alkali seperti KOH, NaOH, dan Na_2CO_3 (Nadliriyah dkk., 2019). Sayangnya meskipun memiliki banyak sekali keunggulan pemanfaatan materia zirkona masih sangat kurang sehingga diperlukan penelitian lebih lanjut agar pemanfaatan material zirkonia semakin berkembang.

Huang *dkk.* (2011) meneliti mengenai komposit PANI/ZrO₂, pada penelitian tersebut dilakukan sintesis komposit PANI/ZrO₂ disintesis dengan cara polimerisasi *in-situ* monomer anilin dengan zirkoniaa partikel nano, hasil penelitian menunjukkan bahwa nanopartikel PANI dan ZrO₂ tidak tercampur begitu saja, dan interaksi yang kuat terjadi pada antarmuka ZrO₂ dan PANI. Itu mungkin komposit pada tingkat molekuler. Komposit memiliki stabilitas termal yang lebih baik daripada PANI. Analisis *X-ray Diffraction* (XRD) mengkonfirmasi PANI yang terdeposit pada permukaan nanopartikel ZrO₂ tidak berpengaruh pada kinerja kristalisasi nanopartikel ZrO₂. Pengukuran konduktivitas listrik menunjukkan bahwa konduktivitas komposit PANI/ZrO₂ jauh lebih tinggi daripada PANI.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis PANI dengan metode emulsifikasi menggunakan SDBS sebagai pengemulsi, *ammonium persulfate* (APS) sebagai oksidan, dan larutan HCl untuk mendispersikan monomer anilin, dalam sintesis tersebut akan dianalisa pengaruh konsentrasi SDBS kepada karakteristik material PANI yang terbentuk. Kemudian juga mensintesis komposit PANI/ZrO₂ dengan filler zirkonia amorf dan monoklinik, dan akan dianalisa pengaruh fasa filler zirkonia pada karakteristik komposit yang terbentuk.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan dapat dirumuskan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh komposisi mol SDBS sebagai surfaktan pada karakteristik PANI yang terbentuk?
2. Bagaimana pengaruh fasa ZrO₂ amorf dan monoklinik pada konduktivitas listrik komposit PANI/ZrO₂?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam Tugas Akhir ini antara lain sebagai berikut:

1. Metode yang digunakan untuk penelitian ini adalah *alkali fusion* dan kopresipitasi untuk sintesis zirkonia dan metode emulsifikasi untuk sintesis PANI.
2. Variasi komposisi mol Anilin:APS:SDBS pada penelitian kali ini adalah 5:1/2/3:4 dan variasi fasa filler zirkonia dalam komposit PANI/ZrO₂ adalah amorf dan monoklinik.
3. Pengujian sampel yang dilakukan meliputi FTIR, XRD, RCL Meter.

1.4 Tujuan

Berdasarkan perumusan masalah yang telah disusun maka diperoleh tujuan penelitian sebagai berikut:

1. Mengetahui pengaruh konsentrasi SDBS pada konduktivitas listrik PANI.
2. Mengetahui pengaruh *filler* ZrO₂ amorf dan monoklinik pada konduktivitas listrik komposit PANI/ZrO₂.

1.5 Manfaat

Hasil dari riset ini diharapkan memberikan beberapa manfaat, yaitu memberikan informasi dan sebagai rujukan dalam pengembangan riset selanjutnya tentang pemanfaatan material zirkonia, PANI, dan komposit PANI/Zirkonia.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Hasil Penelitian Terdahulu

Beberapa penelitian terdahulu dijadikan sebagai acuan dalam penelitian ini sebagai perbandingan dan selanjutnya untuk menemukan inspirasi baru untuk penelitian ini di samping itu kajian terdahulu membantu penelitian dapat memposisikan penelitian serta menunjukkan orisinalitas dari penelitian. Pada bagaian ini peneliti mencamtumkan berbagai hasil penelitian terdahulu terkait dengan penelitian yang hendak dilakukan, kemudian membuat ringkasannya, baik penelitian yang sudah terpublikasikan atau belum terpublikasikan. Berikut merupakan penelitian terdahulu yang masih terkait dengan tema yang penulis kaji.

Penelitian yang dilakukan oleh Nuryadin (2015) yang berjudul “*THE EFFECT OF NAOH, KOH AND EQUIMOLAR MIXTURE OF NAOH AND KOH ON THE SYNTHESIS OF ZIRCONIA FROM INDONESIAN NATURAL ZIRCON SAND USING ALKALI FUSION METHOD*”. Pada penelitian ini peneliti menyelidiki pengaruh campuran NaOH, KOH dan equimolar NaOH dan KOH terhadap sintesis zirkonia dari pasir zirkon alami Indonesia menggunakan metode alkali fusion, Pada penelitian tersebut *alkali fusion* dilakukan pada kondisi 700 °C dalam waktu 3 jam dengan rasio berat zirkon:alkali adalah 1:4.8, lalu langkah selanjutnya campuran tersebut dicuci dengan air, HCl, lalu di presipitasi menggunakan NH₄OH, dan di kalsinasi pada suhu 500 °C. Hasil dari penelitian tersebut adalah sintesis pasir zirkon dengan KOH mendapatkan 99% dekomposisi zirkon. Dari data difraksi sinar-X (XRD) didapatkan bahwa zirkonia hasil peleburan dengan KOH memiliki struktur tetragonal yang sama dengan peleburan dengan NaOH, sedangkan peleburan dengan campuran ekuimolar NaOH dan KOH menghasilkan struktur amorf. Hasil pemurnian menunjukkan bahwa zirkonia tetragonal yang dihasilkan dari peleburan dengan NaOH memiliki parameter kisi dan nilai estimasi ukuran kristal yang sama dengan KOH, artinya tidak ada pengaruh yang signifikan penggunaan KOH atau NaOH pada metode fusi alkali terhadap parameter kisi. dan ukuran kristal zirkonia yang dihasilkan.

Selain itu, Musyarofah, dkk (2018) dalam penelitiannya yang berjudul “*Synthesis Of High-Purity Zircon, Zirconia, and Silica Nanopowders from Local Zircon Sand*”. Pada penelitian tersebut peneliti berhasil mensintesis nanopowder zirkon (ZrSiO₄) kemurnian tinggi dari pasir zirkon alam Indonesia dengan pemurnian melalui pemisahan magnetik, perendaman dalam HCl, dan reaksi dengan NaOH, dilanjutkan dengan proses *nanosizing top-down* menggunakan *wet ball-milling* untuk 10 jam dan *annealing* pada 200 °C selama 2 jam. Selanjutnya, polimorf zirkonia (ZrO₂ – amorf, tetragonal, dan monoklinik) dan nanopowder silika (SiO₂ – amorf dan kristobalit) juga berhasil diturunkan dari bubuk zirkon yang dimurnikan menggunakan metode *bottom-up* melalui proses *alkali fusion* dan kopresipitasi diikuti dengan kalsinasi. Ukuran kristal serbuk diperkirakan dari analisis data XRD untuk memberikan 40, 31, 61, dan 149 nm, masing-masing, untuk zirkon, tetragonal- dan monoklinik-zirkonia, dan kristobalit. Karakteristik mikrostruktur zirkon, silika, dan nanopowder zirkonia terungkap dalam gambar *Transmission Electron Microscope* (TEM) yang menegaskan bahwa ukuran rata-rata partikel sesuai dengan nilai estimasi XRD.

Sementara itu, Simbolon (2021) melakukan penelitian tentang “PENGARUH KONSENTRASI HCl DAN SDBS TERHADAP KONDUKTIVITAS LISTRIK POLIANILIN YANG DISIAPKAN DENGAN METODE POLIMERISASI EMULSI”. Dalam penelitian tersebut peneliti menyelidiki pengaruh konsentrasi HCl dan *Sodium Dodecyl Benzene Sulfonate* (SDBS) terhadap konduktivitas listrik polianilin dengan metode polimerisasi emulsi. Polimerisasi emulsi digunakan pada penelitian tersebut untuk membuat polianilin dari monomer anilin dan doping HCl dan SDBS digunakan untuk meningkatkan konduktivitas listrik yang terbentuk. Konsentrasi HCl divariasikan 0, 1, dan 3 M, sedangkan SDBS divariasikan 0; 0,2; dan 0,4 mol. Serbuk PANI hasil sintesis dibentuk menjadi pellet, kemudian dilakukan karakterisasi. Gugus fungsional pada PANI terdoping diamati dengan FTIR, struktur kristal menggunakan XRD dan konduktivitas listrik menggunakan RCL meter. Hasil uji FTIR menunjukkan adanya gugus fungsional benzoid dan kuinoid masing-masing pada bilangan gelombang sekitar 1454 dan 1531 cm^{-1} yang mengindikasikan terbentuknya garam emeraldin PANI. Terdapat puncak bilangan gelombang sekitar 1250 cm^{-1} sesuai dengan keadaan konduktif polimer PANI yang didoping. Pola difraksi sinar-X teridentifikasi puncak difraksi pada 2θ sekitar 19 dan 25°. Ukuran kristal dihitung menggunakan persamaan Scherrer untuk PANI didoping HCl 0, 1 dan 3 M masing-masing adalah 0,4235; 0,5547; dan 0,4432 nm sedangkan PANI dengan penambahan SDBS 0; 0,2; dan 0,4 mol adalah 0,4762; 0,5547; dan 0,5143 nm. Hasil uji RCL meter menunjukkan konduktivitas listrik AC tertinggi pada PANI didoping HCl 1 M dan penambahan SDBS 0,2 mol dengan rentang 226 hingga 1220,2 S/m dalam interval frekuensi 10 Hz. Semakin tinggi doping HCl yang diberikan akan meningkatkan konduktivitas dan kristalinitas PANI, namun jika HCl melebihi 1 M akan menyebabkan degradasi rantai polimer dan penambahan SDBS lebih dari 0,2 mol molekul PANI menghambat transmisi elektron, sehingga menurunkan konduktivitas listrik PANI.

“Analisis Pengaruh Konsentrasi Amonium Peroksidisulfat (APS) Terhadap Konduktivitas Listrik PANI dengan Metode Oksidasi Polimerisasi” telah dilakukan oleh Al Azizi 2021. Pada penelitian tersebut peneliti melakukan analisis pengaruh konsentrasi *ammonium persulfat* (APS) terhadap sifat konduktivitas listrik PANI pada metode polimerisasi oksidasi. Penelitian tersebut bertujuan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi APS pada pembentukan PANI serta nilai konduktivitas PANI yang dihasilkan. Proses polimerisasi dilakukan dengan membuat larutan A yang terdiri dari APS dengan variasi sebesar 3,285; 6,571; 9,857; dan 13,143 g yang dilarutkan pada aquades yang diaduk selama 5 menit pada kecepatan 50 rpm dan larutan B yang terdiri dari campuran 4,34 ml anilin, 3,35 SDBS yang dilarutkan pada 160 ml HCl 0,75M diaduk menggunakan stirrer selama 60 menit pada kecepatan 500 rpm, kemudian larutan A dititrasi pada larutan B yang diaduk menggunakan stirrer pada 500 rpm dengan laju titrasi yang relatif lambat untuk membuat suhu sistem konstan pada 0-10 C. Selama polimerisasi, sampel didiamkan selama 18 jam. PANI yang didapatkan dicuci menggunakan aquades, etanol, dan aseton, kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR dan RCL meter. Hasil pencucian menunjukkan PANI mempunyai warna yang berbeda-beda yaitu hijau tua, biru tua, dan hijau. Hasil uji XRD menunjukkan bahwa PANI mempunyai struktur kristal sebagian, sementara gugus fungsional benzoid dan kuinoid teramati pada spektrum FTIR. Penambahan APS

mengakibatkan kenaikan konduktivitas listrik, akan tetapi penambahan yang berlebihan dapat menurunkan konduktivitas listrik. Nilai konduktivitas tertinggi pada penambahan APS 0,9 mol.

Penelitian yang relatif baru dilakukan Kriswandono Y. (2021) tentang “SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPOSIT PANI/ZrSiO₄ SEBAGAI BAHAN PELAPIS PADA BAJA KARBON RENDAH”. Pada penelitian ini, komposit PANI/ZrSiO₄ telah disintesis melalui metode polimerisasi oksidasi in-situ. ZrSiO₄ (zirkon) yang digunakan berasal dari bahan dasar pasir zirkon Kereng Pangi, Kalimantan Tengah, dan diekstraksi dengan HCl dan NaOH leaching untuk mendapatkan ZrSiO₄ dengan kemurnian yang lebih tinggi. Terdapat tiga variasi komposisi ZrSiO₄ pada komposit PANI/ZrSiO₄, yaitu 2 vol%, 4 vol%, dan 6 vol%. Pada proses polimerisasi oksidasi in-situ, Sodium Dodecyl Benzene Sulfonate (SDBS) digunakan sebagai surfaktan, dan asam klorida (HCl) digunakan sebagai dopan. Proses pelapisan komposit PANI/ZrSiO₄ pada substrat baja karbon rendah dilakukan dengan penyemprotan (spraying). SDBS dan HCl berpengaruh terhadap keteraturan susunan rantai polimer. Penambahan SDBS dan HCl tidak berpengaruh terhadap gugus fungsi karakteristik pada PANI, namun berpengaruh terhadap peningkatan konduktivitas listriknya. PANI yang disintesis dengan penambahan SDBS menghasilkan struktur morfologi berupa pita. Berdasarkan data XRD, interaksi antara PANI dan ZrSiO₄ dalam komposit PANI/ZrSiO₄ tidak menghasilkan fase baru. Gugus fungsi pada masing-masing PANI dan ZrSiO₄ dapat teridentifikasi pada spektrum FTIR dari komposit PANI/ZrSiO₄. PANI yang terbentuk pada komposit PANI/ZrSiO₄ melingkupi partikel ZrSiO₄. Terjadi penurunan nilai konduktivitas listrik ac pada komposit PANI/ZrSiO₄ seiring dengan persentase ZrSiO₄ yang semakin besar.

2.2 Dasar Teori

2.2.1 Zirkonia

Zirkonium oksida atau zirkonia (ZrO₂) adalah keramik refraktori telah banyak digunakan karena sifat mekanik dan fungsionalnya yang luar biasa, seperti ketangguhan yang tinggi, difusivitas oksigen yang tinggi, dan konduktivitas termal yang rendah (S. F. Wang dkk., 2013). Zirkonium oksida, bersama dengan aluminium oksida, adalah salah satu keramik oksida berkinerja tinggi yang paling banyak digunakan saat ini. Berbeda dengan keramik silikat, keramik oksida bebas dari silikon oksida, sebagian besar memiliki struktur kristal dan diproduksi secara eksklusif dari bahan awal sintesis. Keramik oksida terdiri dari anion bermuatan listrik (ion oksigen selalu divalen) dan kation multivalen (biasanya ion logam). Titik lelehnya yang tinggi membedakannya dari bahan lain yang terdiri dari oksida, misalnya ferit dan titanat. Tidak ada bahaya oksidasi dengan keramik oksida, bahkan pada suhu operasi yang tinggi, karena keramik tersebut sudah teroksidasi. Oleh karena itu material tersebut cocok untuk digunakan dalam kisaran suhu tinggi, misalnya dalam sistem pembakaran, mesin dan turbin. Secara kimia, zirkonium oksida termasuk dalam kelompok keramik oksida. Atom zirkonium dan oksigen membentuk ikatan ionik dan kovalen. Hasilnya adalah apa yang disebut ikatan campuran dengan proporsi ikatan ion yang dominan (sekitar 70%). Karena sifatnya, zirkonium oksida termasuk dalam kelompok keramik berkinerja tinggi. Di alam, zirkonium oksida terjadi sebagai mineral baddeleyite, yang belum banyak diketahui karakteristiknya dan langka. Ini masuk pada kelompok mineral oksida, yang mencakup banyak bijih penting seperti rutil (TiO₂),

pirolusit (MnO_2) dan kasiterit (SnO_2). Baddeleyite secara kimiawi homogen, tetapi mungkin mengandung jejak titanium, hafnium, dan besi (Arnold, 2022).

Agar mudah dimanfaatkan, perlu untuk menghasilkan zirkonium oksida menggunakan berbagai proses kimia dan termal untuk memastikan kemurnian dan homogenitas bubuk yang diperlukan. Bahan baku terpenting untuk zirkonium oksida adalah zirkon (zirkonium silikat). Pasir zirkon merupakan campuran alami yang terdiri dari zirkonium oksida dan silikon oksida (ZrSiO_4) dan mudah ditemukan di alam. Zirkon itu sendiri juga dapat dilihat sebagai kombinasi dari dua oksida, yang membentuk kisi kristal umum. Dari sudut pandang kimia, zirkon, yaitu zirkonium silikat, dapat dilihat sebagai kombinasi dari 67,2% zirkonium oksida (ZrO_2) dan 32,8% silikon oksida (SiO_2) (Arnold, 2022).

Terdapat tiga struktur kristal pada zirkonia yaitu monoklinik, tetragonal dan kubik. Monoklinik stabil hingga sekitar 1000°C . antara 1000 dan 1170°C transformasi menjadi fase tetragonal. Selama transformasi kisi kristal ini, kerapatan oksida zirkonium meningkat secara signifikan, yang pada gilirannya berarti penurunan volume. Di atas sekitar 2370°C , kisi kristal tetragonal berubah menjadi kisi kubik, yang kemudian tetap stabil. Keapatan oksida zirkonium kubik hanya sedikit lebih besar dari tetragonal. Para ilmuwan berasumsi bahwa zirkonium oksida umumnya memiliki struktur kubik dan fase tetragonal dan monoklinik adalah distorsinya. Kurva dilatometer zirkonia menunjukkan histeresis. Saat pemanasan, konversi fase monoklinik menjadi tetragonal terjadi pada sekitar 1170°C , sedangkan selama pendinginan, konversi sebaliknya terjadi pada 950°C (Arnold, 2022).

2.2.2 Polianilin (PANI)

Polimer konduktif elektron adalah kelas prospektif bahan yang memiliki konjugasi p yang diperpanjang sepanjang tulang punggung polimer dan menunjukkan perilaku semi-konduktor. Kelas polimer organik ini mampu menghantarkan listrik. Material ini menjadi konduktif secara elektrik pada oksidasi atau reduksi parsial, sebuah proses yang biasa disebut sebagai "doping". Polimer konduktor memiliki sifat listrik seperti logam, dan keunggulan material ini adalah memiliki sifat polimer organik seperti ringan, tahan terhadap korosi, fleksibilitas, biaya yang lebih rendah dan keuntungan dapat dibuat khusus untuk persyaratan aplikasi melalui modifikasi dalam struktur polimer dan memvariasikan gugus fungsi dalam bagian organik (Zhao dkk., 2011).

Di antara polimer konduktif, PANI relatif populer karena ketersediaan bahan baku yang murah dan mudah, rute sintesis yang sederhana, stabilitas lingkungan yang baik, konduktivitas listrik yang dapat dikontrol, dan sifat redoks yang menarik terkait dengan rantai nitrogen. PANI adalah polimer berbasis fenilena yang memiliki gugus NH di kedua sisi cincin fenilena. Proses oksidasi dan reduksi berlangsung pada gugus NH ini, dan diperoleh berbagai bentuk karena banyaknya segmen imina dan amina pada rantai PANI. Material ini merupakan polimer organik yang memiliki delokalisasi elektron pi pada rantai utamanya sehingga polianilin bersifat konduktif (Kriswandono, 2021). Anilin pada dasarnya mengalami polimerisasi oksidatif dengan adanya asam protonat (Zhao dkk., 2011). Secara umum, PANI dapat disintesis melalui polimerisasi oksidatif kimia anilin dengan beberapa teknik seperti aqueous, dispersi, emulsi,

emulsi terbalik, jalur polimerisasi antarmuka, dan teknik polimerisasi elektrokimia. Teknik polimerisasi enzimatis juga sedang dilakukan (Zhao dkk., 2011).

2.2.3 Metode Emulsi untuk PANI

Salah satu metode untuk melakukan polimerisasi monomer adalah polimerisasi emulsi yang merupakan proses unik yang melibatkan emulsifikasi monomer hidrofobik dengan pengemulsi minyak dalam air, kemudian inisiasi reaksi dengan salah satu inisiator yang larut dalam air atau inisiator yang larut dalam minyak dengan adanya stabilizer yang dapat berupa koloid ionik, nonionik atau pelindung untuk menyebarkan monomer hidrofobik melalui larutan air. Polimerisasi emulsi adalah proses yang agak kompleks karena nukleasi, pertumbuhan dan stabilisasi partikel polimer dikendalikan oleh mekanisme polimerisasi yang dikombinasikan dengan berbagai fenomena koloid. Anilin dioksidasi menjadi polianilin dengan cara polimerisasi emulsi menggunakan APS sebagai oksidan dengan adanya SDBS dan HCl. Hasil dari polimerisasi adalah SDBS-asam klorida-polianilin garam emeraldin (Zhao dkk., 2011).

Zhao dkk (2011) telah melakukan penelitian untuk membuat serat mikro polianilin dengan jalur emulsi bebas surfaktan baru. Emulsi primer dibuat dengan mendispersikan monomer anilin dalam larutan HCl dengan natrium lauril benzena sulfat (SDBS) sebagai surfaktan dengan menggunakan ultrasonikasi. Pembuatan polianilin dilakukan dengan vibrasi pengemulsi (SDBS), oksidan (APS) dan larutan HCl. Pengaruh suhu dan waktu reaksi juga telah diamati dan diteliti. Produk dikarakterisasi dengan FTIR, SEM, XRD dan pengujian konduktivitas empat probe. Analisis EM menunjukkan bahwa polianilin memiliki morfologi berserat dengan diameter rata-rata 100 nm; hasil FTIR dan XRD menunjukkan bahwa mikrofiber polianilin berbentuk zamrud. Kondisi reaksi yang berbeda memiliki pengaruh yang besar terhadap konduktivitas listrik polianilin, kondisi optimum untuk membuat garam polianilin adalah sebagai berikut: rasio molar $n(\text{Anilin})/n(\text{SDBS})/n(\text{APS})$ adalah 10/10/9 dan konsentrasi HCl adalah 0,9 M, diaduk terus-menerus pada 0°C selama 3 jam dan konduktivitas listrik maksimum polianilin adalah $4,35 \text{ Scm}^{-1}$ dalam penelitian ini.

2.2.4 Metode Dekomposisi Pasir Zirkon

Dekomposisi pasir zirkon alam menjadi zirkonia dan silika telah dilakukan oleh Musyarofa, dkk (2019) sebelum dilakukan dekomposisi pertama dilakukan pemurnian pasir alam, pemurnian dilakukan melalui tiga proses utama, yaitu pemisahan magnetik, perendaman dalam HCl, dan reaksi dengan NaOH. Prosedur pemisahan magnetik, menggunakan magnet permanen, bertujuan untuk menghilangkan senyawa magnetik di pasir. Kemudian pasir direndam dalam HCl 2 M pada suhu 100 °C selama satu jam untuk memisahkan pengotor, kemudian dicuci dengan air sampai pH netral. Studi awal XRD sampel setelah perendaman HCl menunjukkan adanya zirkon dan kuarsa (SiO_2). Reaksi dengan NaOH pada suhu 250 °C menghasilkan larutan natrium silikat (Na_2SiO_3) yang nantinya akan diolah menjadi serbuk silika (amorf dan kristobalit), dan endapan zirkon selanjutnya diproses lebih lanjut dengan pengayakan dan pencucian hingga diperoleh serbuk submikron zirkon murni (Nuryadin & Sciences, 2015).

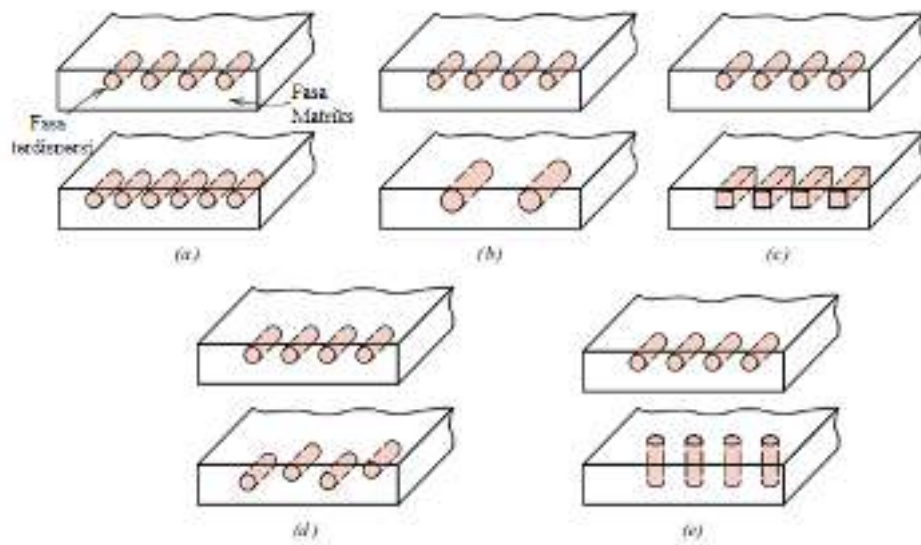
Serbuk zirkon murni yang dihasilkan kemudian disintesis menjadi ukuran nanometrik menggunakan metode *top-down* melalui wet ball milling dengan memvariasikan waktu milling selama 5, 10, 20, dan 30 jam, dilanjutkan dengan pengeringan dan annealing pada suhu 200 °C selama 1 jam untuk menghilangkan regangan residu yang tidak seragam dari bubuk giling (Musyarofah dkk., 2019).

Serbuk zirkonia amorf diturunkan dari serbuk submikron zirkon yang diekstraksi dengan metode alkali fusion dengan NaOH dan pengendapan bersama dengan 2 M HCl dan 3 M NH₄OH. Bubuk zirkonia kristal dibuat dari bubuk zirkonia amorf dengan kalsinasi pada berbagai suhu antara 400 dan 1300 °C (Murti dkk., 2019).

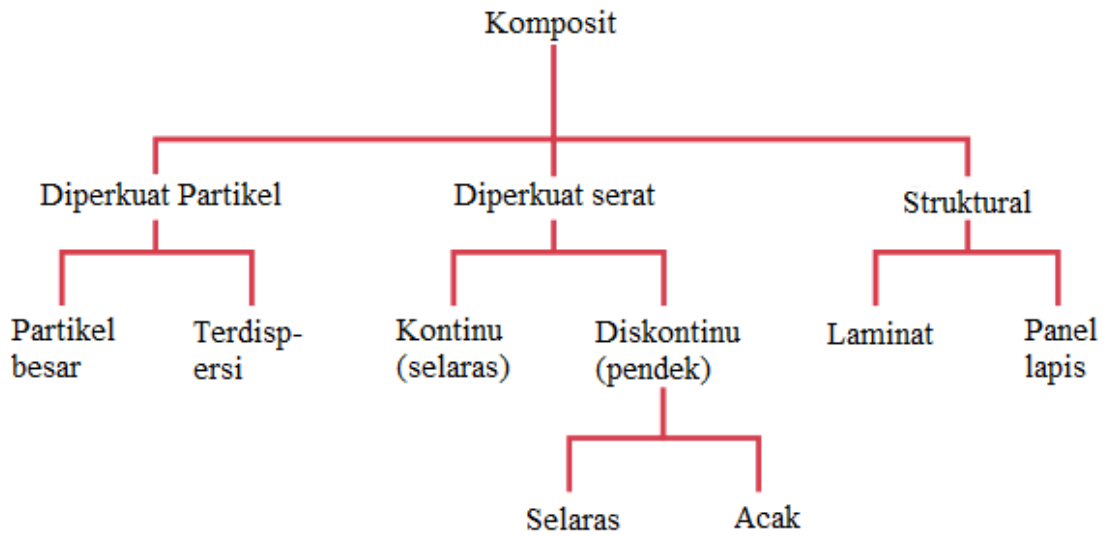
2.2.5 Komposit

Komposit, adalah material multifase yang dibuat secara artifisial, berlawanan dengan material yang terbentuk atau terbentuk secara alami. Selain itu, fase penyusunnya harus berbeda secara kimiawi dan dipisahkan oleh antarmuka yang berbeda. Jadi, sebagian besar paduan logam dan banyak keramik tidak sesuai dengan definisi ini karena fase gandanya terbentuk sebagai konsekuensi dari fenomena alam. Dalam merancang bahan komposit, para peneliti menggabungkan berbagai logam, keramik, dan polimer untuk menghasilkan generasi baru bahan komposit. Sebagian besar komposit telah dibuat untuk meningkatkan kombinasi karakteristik mekanis seperti kekakuan, ketangguhan, dan kekuatan ambien dan suhu tinggi. Banyak material komposit hanya terdiri dari dua fase; satu disebut matriks, yang kontinu dan mengelilingi fase lainnya, sering disebut fase terdispersi. Sifat-sifat komposit merupakan fungsi dari sifat-sifat fasa penyusunnya, jumlah relatifnya, dan geometri fasa terdispersinya. "Geometri fase terdispersi" dalam konteks ini berarti bentuk partikel dan ukuran partikel, distribusi, dan orientasi; karakteristik ini direpresentasikan pada Gambar 2.1 (William D. Callister, 2001).

Satu skema sederhana untuk klasifikasi material komposit ditunjukkan pada Gambar 2.2, yang terdiri dari tiga divisi utama—komposit yang diperkuat partikel, diperkuat serat, dan komposit struktural; juga, setidaknya ada dua subdivisi untuk masing-masing. Fase terdispersi untuk komposit yang diperkuat partikel adalah equiaxed (yaitu, dimensi partikel kira-kira sama di semua arah); untuk komposit yang diperkuat serat, fase terdispersi memiliki geometri serat (yaitu, rasio panjang-diameter yang besar). Komposit struktural adalah kombinasi dari komposit dan bahan homogen. Pembahasan sisa bab ini akan diatur menurut skema klasifikasi ini (William D. Callister, 2001).



Gambar 2.1 Representasi skema dari berbagai karakteristik geometris dan spasial partikel fase terdispersi yang dapat mempengaruhi sifat komposit (William D. Callister, 2001)



Gambar 2.2 Skema klasifikasi untuk berbagai jenis komposit (William D. Callister, 2001)

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB 3 METODOLOGI

3.1 Urutan Pelaksanaan Penelitian

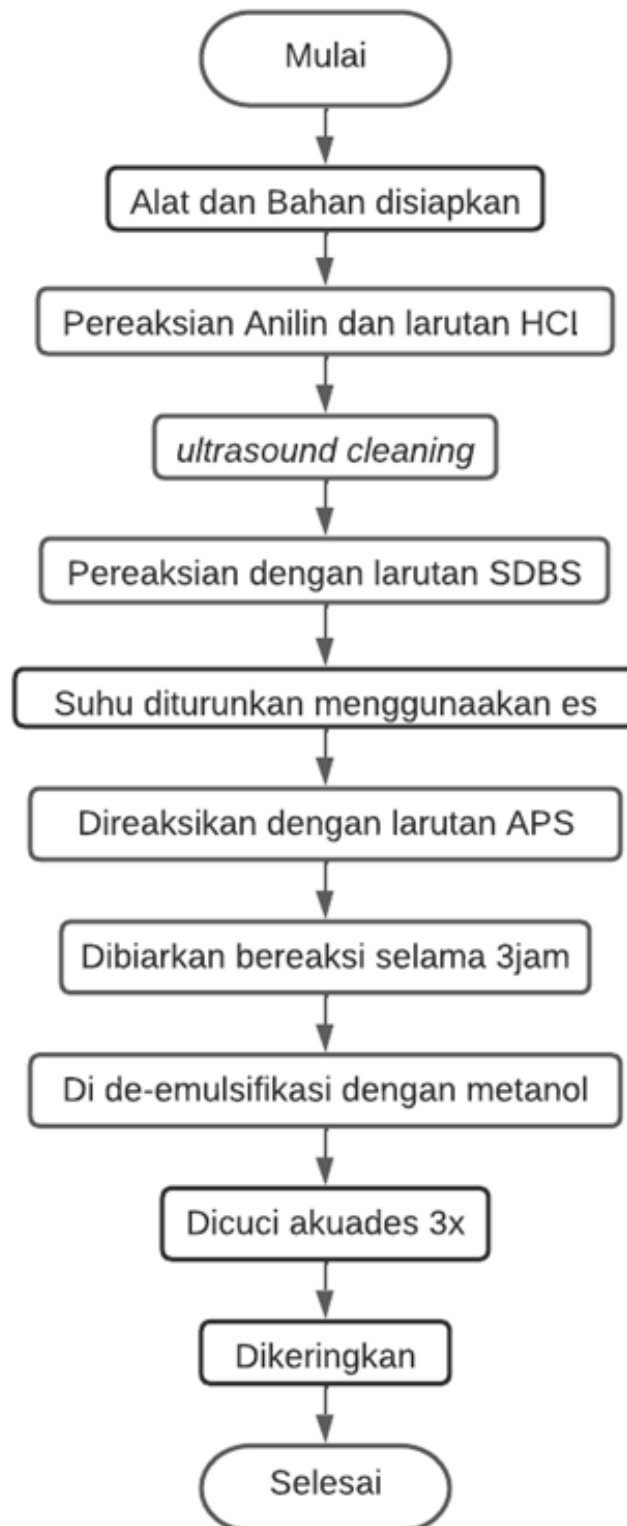
3.1.1 Diagram Alir Penelitian

Terdapat tiga tahapan dalam melakukan penelitian ini, yaitu tahapan sintesis ZrO_2 , tahapan sintesis PANI dan komposit PANI/ ZrO_2 dan tahapan uji konduktivitas listrik PANI dan komposit PANI/ ZrO_2 . Untuk tahapan sintesis ZrO_2 dilakukan seperti yang tertera di diagram alir berikut.



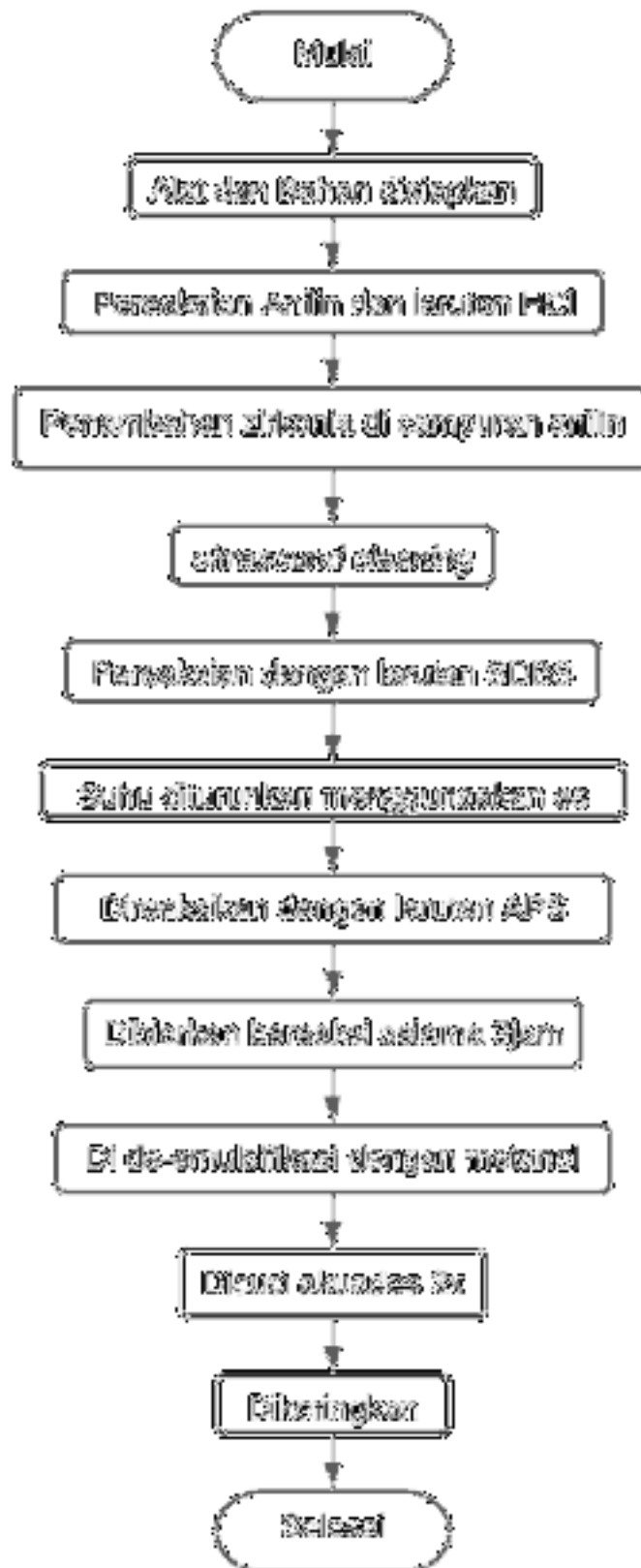
Gambar 3.1 Diagram alir Sintesis α - ZrO_2

Tahapan sintesis PANI mengikuti diagram alir sebagai berikut.



Gambar 3.2 Diagram alir sintesis PANI

Tahap pembuatan komposit PANI/ZrO₂ mengikuti diagram alir sebagai berikut



Gambar 3.3 Diagram alir sintesis komposit PANI/ZrO₂

3.2 Bahan dan Peralatan yang Digunakan

3.2.1 Alat yang Digunakan

Pada penelitian alat-alat yang digunakan adalah gelas ukur, gelas beker, spatula, buret, statif, klem, mortar, *magnetic stirrer*, *magnetic stirrer bar*, timbangan digital, masker, *crucible*, *mill*, bola zirkon dan *furnace*. Alat yang digunakan untuk karakterisasi material dan pengujian elektrokimia adalah pengujian XRD, FTIR dan RCL Meter.

Dalam tugas akhir ini ada beberapa variabel yang perlu diperhatikan, yaitu variabel bebas penelitian ini adalah jumlah mol SDBS dan fasa *filler* zirkonia pada komposit, variabel kontrol penelitian ini adalah jumlah larutan anilin dan APS. Variabel terikat dari penelitian ini adalah konduktivitas material PANI dan komposit PANI/ZrO₂.

3.2.2 Bahan yang Digunakan

Bahan-bahan yang digunakan pada tahapan pembuatan material zirkonia amorf (a-ZrO₂) adalah pasir zirkon (ZrSiO₄), larutan asam klorida (HCl) 37%, air distilasi (H₂O), kertas saring, larutan amonia (NH₄) 25%, Etanol (C₂H₅OH) 98%, natirum hidroksida (NaOH), dan kertas PH universal. Bahan yang digunakan untuk membuat komposit PANI/ZrO₂ adalah zirkonia amorf(a-ZrO₂), zirkonia monoklinik (m-ZrO₂), anilin (C₆H₅NH₂), amonium peroksodisulfat ((NH₄)₂S₂O₈), kertas saring, *sodium dodecylbenzenesulfonate* (CH₃(CH₂)₁₁C₆H₄SO₃Na), larutan asam klorida (HCl) 37%, metanol (CH₃OH), dan air distilasi (H₂O).

3.3 Metode yang digunakan

Metode yang digunakan pada penelitian ini dibagi menjadi dua tahapan. Pertama, tahapan sintesis ZrO₂, PANI, dan PANI/ZrO₂ dan karakterisasinya. Kedua, tahapan pembuatan pelet PANI dan PANI/ZrO₂ dan pengujian konduktivitas listrik AC.

3.3.1 Sintesis ZrO₂

Pasir zirkon, bola zirkon, dan etanol disiapkan untuk dilakukan proses *wet milling* menggunakan mesin *milling* dengan kecepatan 150 rpm selama 2 jam dan dengan perbandingan pasir zirkon, bola zirkon, dan etanol berturut-turut adalah 11 g : 50 g : 17 g, pasir zirkon yang sudah halus dikeringkan untuk menguapkan etanol (Murti dkk., 2019).

Pasir zirkon yang sudah halus di rendam dengan HCl 2M dengan perbandingan pasir dan HCl 2M adalah 1:30, campuran pasir dan larutan HCl diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 500 rpm selama 1jam, setelah itu campuran tersebut dibiarkan selama 24 jam hingga pasir zirkon mengendap, larutan yang tidak mengendap dibuang dan endapan pasir zirkon dicuci dengan akuades hingga pH 7 atau sebanyak 15 kali dan dikeringkan (Murti dkk., 2019; Nadliriyah dkk., 2019; Nuryadin dkk., 2015).

Selanjutnya pasir zirkon yang sudah dikeringkan dicampur dengan larutan NaOH 7M dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 250°C dan kecepatan 500 rpm hingga seluruh cairan menguap dan mengkerak, pada kerak tersebut ditambahkan akuades 200 mL dan diaduk dengan kecepatan 500 rpm selama 1 jam atau hingga seluruh kerak larut pada akuades, larutan diendapkan selama 24 jam dan endapan diambil dan dibilas air hingga pH 7 atau 15 kali dan dikeringkan (Murti dkk., 2019; Nadliriyah dkk., 2019; Nuryadin dkk., 2015).

Kemudian 10 g pasir yang sudah dikeringkan di *alkali fusion* dengan NaOH 15 g dengan suhu 700°C dan *holding time* selama 3jam pada *furnace*, setelah itu hasil *alkali fusion* dilarutkan dengan akuades 250 mL, diendapkan, lalu endapan tersebut dibilas dengan akuades 600 mL sebanyak 3 kali dan dikeringkan untuk mendapatkan serbuk Na₂ZrSiO₄. Setelah itu setiap 1 g serbuk Na₂ZrSiO₄ direaksikan dengan 30 mL HCl 10M dan diaduk selama 1 jam dengan kecepatan 500 rpm, lalu hasil reaksi tersebut di endapkan selama 24 jam kemudian disaring dengan kertas saring, larutan diambil dan endapan dibuang. (Nadliriyah dkk., 2019; Nuryadin dkk., 2015).

Larutan kemudian ditambahkan akuades dengan perbandingan 1:1 dan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer*, ketika larutan dan akuades sudah tercampur homogen ditambahkan larutan ammonium hidroksida 10% dengan cara tetesan sedikit demi sedikit hingga pH campuran mencapai 7, hasil campuran tersebut diendapkan kemudian endapan diambil dan dibilas menggunakan akuades sebanyak 15 kali, setelah dibilas endapan disaring dikeringkan untuk mendapatkan ZrO₂ (Nadliriyah dkk., 2019; Nuryadin dkk., 2015).

3.3.2 Sintesis PANI dan Komposit PANI/ZrO₂

Polimerisasi anilin dilakukan dengan jalur polimerisasi emulsi menggunakan APS sebagai oksidan (Agarwal dkk., 2016), SDBS sebagai surfaktan dan larutan HCl ditambahkan ke dalam garam yang diendapkan untuk memprotonasi PANI (Olad & Ramazani, 2012; Zhao dkk., 2011).

Anilin (4 mL) dilarutkan dalam 100 ml larutan HCl (1 M) untuk membentuk fenilamina hidroklorida, larutan tersebut di *ultrasound cleaner* selama 1 jam. Ke dalam larutan ini, 50 mL larutan yang mengandung 3,05 g SDBS ditambahkan perlahan sambil diaduk yang membentuk emulsi. 50 mL larutan lainnya yang mengandung 8 g APS ditambahkan setetes demi setetes ke larutan sebelumnya selama kira-kira 1 jam. Reaksi dibiarkan berlangsung selama 3 jam pada suhu $\leq 10^{\circ}\text{C}$. Endapan hijau terbentuk di akhir reaksi. De-emulsifikasi dilakukan dengan menambahkan metanol secukupnya. Endapan disaring dari campuran reaksi dan dicuci tiga kali dengan 300 ml akuades. Hasil reaksi dikeringkan hingga massanya konstan. Sintesis dilakukan untuk variasi perbandingan mol Anilin : SDBS : APS adalah 5 : 0,5/1/2 : 4.

Kemudian untuk pembuatan komposit PANI/ZrO₂ sama seperti pembuatan PANI tetapi sebelum larutan ditambah larutan SDBS terlebih dahulu ditambah 1,889 g ZrO₂ dan di *ultrasound cleaner* selama 1 jam (Roosz dkk., 2019), dan proses selanjutnya sama seperti sintesis PANI. Sintesis dilakukan untuk variasi fasa ZrO₂ yaitu amorf dan monoklinik.

Setelah sampel PANI dan komposit PANI/ZrO₂ didapatkan dilakukan pengujian terhadap sampel, dan salah satu pengujian tersebut adalah uji konduktivitas listrik, agar sampel bisa diuji perlu dilakukan preparasi. Preparasi pellet dilakukan menggunakan alat *press*, PANI dan Komposit PANI/ZrO₂ yang sudah dikeringkan, dihaluskan menggunakan mortar untuk menghasilkan serbuk PANI dan Komposit PANI/ZrO₂, kemudian serbuk tersebut diayak agar didapatkan ukuran partikel yang seragam, selanjutnya hasil ayakan tersebut ditimbang seberat 0,4 g dan dimasukkan ke cetakan, kemudian cetakan tersebut ditekan

menggunakan alat *press* dengan tekanan 60 Mpa selama 1menit, PANI dan Komposit PANI/ZrO₂ yang sudah dicetak diukur ketebalan dan diameternya.

3.4 Karakterisasi Sampel

3.4.1 *X-Ray Diffraction (XRD)*

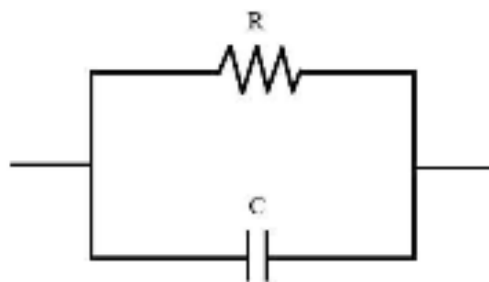
Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan untuk mengidentifikasi struktur fasa kristal yang terbentuk dalam sintesis material zirkonia, PANI, dan komposit PANI/ZrO₂. Selain itu pada pengujian XRD juga dapat digunakan untuk mengkonfirmasi apakah komposit PANI/ZrO₂ terbentuk, karena komposit merupakan gabungan dari 2 material tanpa mengubah sifat material penyusunnya maka dapat di simpulkan bahwa komposit yang terbentuk akan memiliki pola difraksi yaang sama dengan material penyusunnya. Pengujian ini menggunakan radiasi Cu-K dengan sudut 2θ pada rentang sudut pemindaian 5° - 65°. Pengujian XRD dilakukan di laboratorium Karakterisasi Departemen Teknik Material dan Metalurgi ITS.

3.4.2 *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Karakterisasi menggunakan FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi dari suatu material uji. Jenis gugus fungsi yang ada pada sampel dapat diketahui melalui penyinaran gelombang elektromagnetik pada spektrum inframerah. Gugus fungsi dapat digunakan untuk mengetahui apakah PANI benar terbentuk, selain itu sama seperti pengujian XRD juga dapat mengetahui apakah komposit benar-benar terbentuk karena jika komposit berhasil terbentuk maka gugus fungsi maaterial tidak akan berbeda dengan material penyusunnya. Pengujian FTIR dilakukan di Laboratorium Divisi Karakterisasi Departemen Teknik Material dan Metalurgi ITS.

3.4.3 *Konduktivitas Listrik*

Pengujian konduktivitas listrik dilakukan menggunakan RLC meter tipe PM 6306, data yang didapatkan adalah impedansi dan resistansi paralel. Pengujian dilakukan di Laboratorium Fisika Keramik Departemen Fisika ITS. Skema pengukuran yang digunakan adalah rangkaian RC untuk mengukur resistansi dan impedansi, tegangan yang digunakan adalah 1V dan frekuensi yang digunakan adalah 50-10⁶ Hz. Skema rangkaian pengukuran ditunjukkan pada Gambar 3.4.



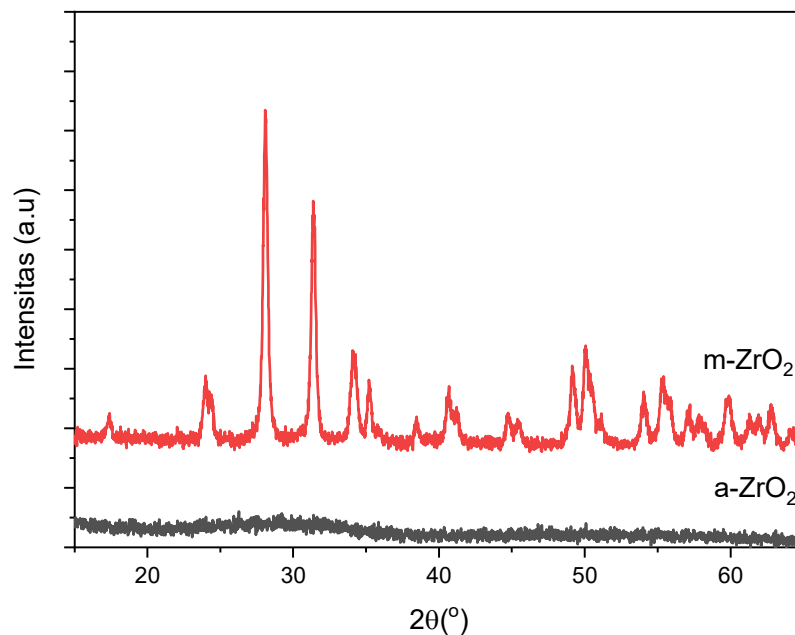
Gambar 3.4 Skema rangkaian resistor-kapasitor

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Karakterisasi

4.1.1 Hasil Pengujian dan Analisis X-Ray Diffraction (XRD)

Hasil karakterisasi XRD dilakukan untuk mengonfirmasi kandungan fasa dari sampel yang telah disintesis. Pengujian dilakukan di Departemen Teknik Material ITS menggunakan alat *Philips X'pert MPD*. Difraksi sinar-X dengan rentang sudut 15° hingga 65° . Hasil dari pengujian ini ditampilkan dalam grafik intensitas terhadap sudut 2θ . Setelah didapatkan hasil grafik selanjutnya mengidentifikasi fasa sampel ZrO_2 . Sebuah kristal tersusun secara periodik dalam ruang 3D, sementara bahan amorf tidak memiliki periodisitas dan atom didistribusikan secara acak dalam ruang 3D. Bila ada susunan atom secara periodik, sinar-X akan dihamburkan hanya pada arah tertentu bila mengenai bidang kristal, sedangkan untuk fase amorf, Sinar-X akan tersebar ke berbagai arah (Minin, I. V., & Minin, O. V., 1994).

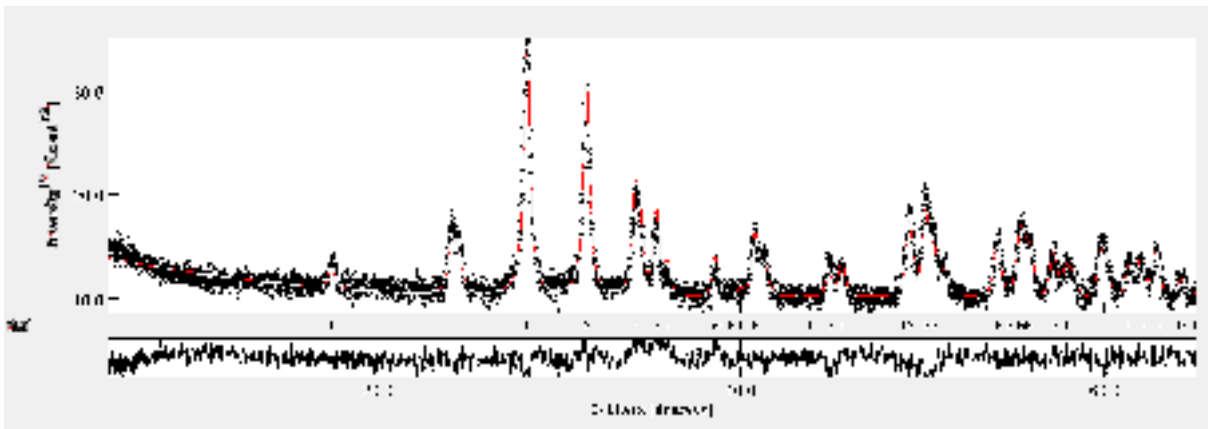


Gambar 4.1 Pola XRD dari Zirkonia amorf dan Zirkonia monoklinik

Pada Gambar 4.1 terlihat untuk sampel zirkonia amorf hasil sintesis, tidak terdapat puncak intensitas tinggi berbeda dengan sampel zirkonia monoklinik yang memiliki intensitas tinggi pada sudut tertentu. Hal ini membuktikan bahwa pada sampel zirkonia hasil sintesis memiliki fasa amorf dan pada sampel zirkonia monoklinik memiliki fasa kristal.

Selanjutnya dilakukan analisis *refinement* Rietveld dengan menggunakan perangkat lunak MAUD untuk mengetahui sistem kristal sampel zirkonia monoklinik. Analisis dilakukan dengan cara mencocokkan hasil XRD sampel dengan kurva referensi yang didapatkan dari situs

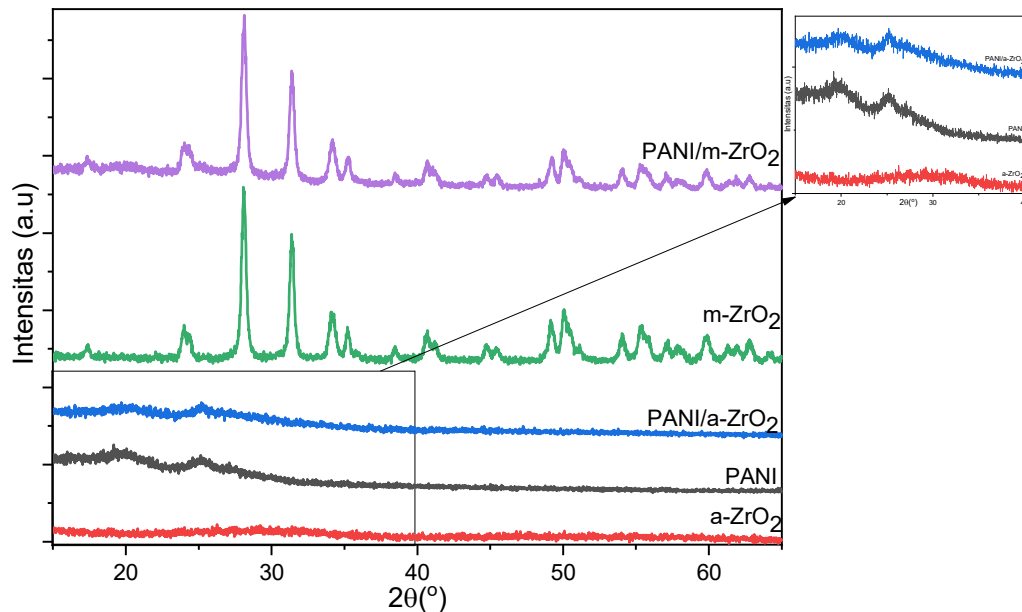
web *crystallography.net* (9007585). Pada Gambar 4.2 hasil *refinement* XRD sampel dengan perangkat lunak MAUD menunjukkan kecocokan kurva yang tinggi dengan referensi. Hal ini menunjukkan bahwa sampel memiliki sistem kristal monoklinik.



Gambar 4.2 Hasil *refinement* dari kurva sampel terhadap kurva referensi

Beberapa polimer merupakan semi-kristal. Substansi polimer ini terdiri dari molekul yang sangat panjang, umumnya dalam keadaan acak, tetapi di beberapa bagian terdapat daerah yang teratur disebut "kristal". Dengan membandingkan intensitas terintegrasi dari garis-garis ini dengan luasan daerah amorf, fraksi volume kristal polimer dapat diperkirakan. Difraksi sinar-X juga dapat mengungkapkan ukuran kristal melalui persamaan Scherrer untuk pelebaran garis, dan orientasi kristal (Minin, I. V., & Minin, O. V. 1994).

Gambar 4.3 pola XRD untuk PANI. Ada 2 puncak yang terbentuk sementara pola hamburan amorf teramati pada gambar tersebut. Ini menunjukkan bahwa PANI merupakan semikristalin. Dengan menggunakan Persamaan Scherrer dapat dihitung ukuran kristal PANI adalah 0,465 nm. Derajat kristalinitas dihitung dengan membandingkan fraksi luas kristalin dengan penjumlahan fraksi luas kristalin dan fraksi luas amorf (Purnama & Langenati, 2006). Fraksi luas kristalin diambil berdasarkan puncak yang terdapat pada pola kurva XRD dan setelah dilakukan perhitungan didapatkan derajat kristalinitas PANI sebesar 23,67%.



Gambar 4.3 Pola XRD dari PANI, Zirkonia amorf, dan komposit PANI/ZrO₂

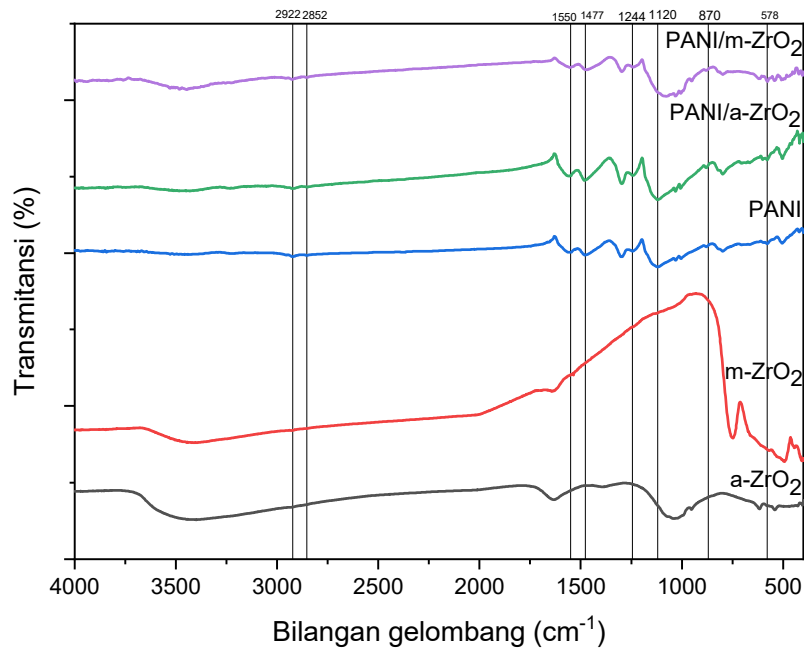
Gambar 4.3 menunjukkan pola difraksi PANI, Zirkonia (amorf dan monoklinik), dan komposit PANI/ZrO₂. Pola difraksi PANI, sebagian besar kurva menunjukkan hamburan akan tetapi teramati 2 puncak. Hal ini menunjukkan bahwa PANI merupakan semikristalin. menggunakan Persamaan Scherrer dapat dihitung ukuran kristal PANI adalah 0,465 nm. Derajat kristalinitas dihitung dengan membandingkan fraksi luas kristalin dengan penjumlahan fraksi luas kristalin dan fraksi luas amorf (Purnama & Langenati, 2006). Fraksi luas kristalin diambil berdasarkan puncak yang terdapat pada pola kurva XRD dan setelah dilakukan perhitungan didapatkan derajat kristalinitas PANI sebesar 23,67%. Selanjutnya pola difraksi pengisi zirkonia (amorf dan monoklinik) teridentifikasi sebagaimana Gambar 4.1. Pola difraksi komposit PANI/ZrO₂ teramati tidak terjadi pergeseran puncak, namun terjadi pengurangan intensitas difraksi khususnya PANI/m-ZrO₂. Sementara itu untuk PANI/a-ZrO₂ juga teramati pola puncak yang sama dengan semikristalin PANI dan intensitas juga berkurang. Dari pengamatan ini membuktikan bahwa struktur komposit PANI/ZrO₂ telah terbentuk.

4.1.2 Hasil Pengujian dan Analisis FTIR

Pengujian FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi material. Karakterisasi nanopartikel ZrO₂, PANI, dan komposit PANI/ZrO₂ direkam dalam kisaran 400 - 4000 cm⁻¹ dan ditunjukkan pada Gambar 4.8 untuk mengkonfirmasi ikatan dalam senyawa. Spektrum FTIR terlihat menunjukkan puncak di sekitar 1041,6 cm⁻¹ dikaitkan dengan vibrasi regangan Zr-O. (Chikere dkk., 2020). Disisi lain terdapat puncak pada 1629,9 cm⁻¹ dan 3408,33 cm⁻¹ yang belum teridentifikasi.

Spektra FTIR garam PANI-HCl-SDBS menunjukkan pita pada spektrum garam asam polianilin-sulfosalisilat pada 1550 cm^{-1} ditetapkan pada getaran regangan cincin C=C bentuk benzenoid. Pita pada 1477 cm^{-1} ditetapkan untuk peregangan C-N dari cincin quinoid, yang disebabkan oleh protonasi matriks polianilin oleh dopan. Pita pada 1244 cm^{-1} dalam spektrum garam sesuai dengan komponen simetris dari mode peregangan C=C (atau C-N dari cincin benzenoid). Hasil ini menunjukkan bahwa PANI terdoping dan ada dalam bentuk *emeraldine salt* konduktif. Kehadiran gugus SO_3^{2-} didukung oleh munculnya pita pada 578 cm^{-1} dalam spektrum garam PANI-HCl-SDBS yang dikaitkan dengan mode pembengkokan yang merosot dari gugus SO. Spektrum IR polianilin menunjukkan puncak karakteristik pada 1550 ; 1477 ; dan 1244 cm^{-1} (Prasanna dkk., 2016; Zhao dkk., 2011).

Untuk komposit PANI/ZrO₂ spektrum IR-nya hampir identik dengan PANI, tetapi mengalami penurunan yang cukup signifikan jika dibandingkan dengan PANI. Perbedaan spektrum FTIR tersebut dapat dijelaskan sebagai berikut. Setelah ZrO₂ dimasukkan ke dalam sistem reaksi, anilin menjadi teradsorpsi pada permukaan nanopartikel oksida yang dicelupkan ke dalam campuran reaksi; polimerisasi berlangsung awalnya pada permukaan nanopartikel oksida ini ketika oksidan ditambahkan ke sistem reaksi. Hal ini menyebabkan adhesi polimer ke nanopartikel ZrO₂ dan menghasilkan pertumbuhan terbatas di sekitar permukaan nanopartikel ZrO₂. Adsorpsi dan gerakan rantai yang dibatasi akan membatasi mode getaran dalam polianilin, yang akan menyebabkan intensitas yang berbeda dalam spektrum FTIR. Karena deformasi dalam bidang ikatan C-C dari cincin quinoid dari PANI yang didoping, penurunan yang nyata ini menunjukkan bahwa interaksi antara cincin quinoid dari polianilin yang didoping dan nanopartikel ZrO₂ dapat terjadi sebagai konsekuensi dari polimerisasi in-situ. Interaksi yang kuat dapat dikaitkan dengan interaksi Zr⁴⁺ dan atom N dalam makromolekul polianilin. Karena zirkonium merupakan logam transisi, Zr⁴⁺ memiliki kecenderungan kuat untuk membentuk senyawa koordinasi dengan atom N dalam makromolekul polianilin. (Huang dkk., 2011).



Gambar 4.8 Perbandingan Spektra FTIR PANI , PANI/ZrO₂, dan ZrO₂.

Tabel 4.1 Gugus Fungsi pada PANI, ZrO₂, dan PANI/ZrO₂

Referensi[Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)]	Gugus fungsi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		
		PANI	ZrO ₂	PANI/ ZrO ₂
Chikere, 2020 [3445 cm ⁻¹]	Peregangan air O-H		3408 cm ⁻¹	
Chikere, 2020 [1590 cm ⁻¹ dan 1650 cm ⁻¹]	Getaran lentur molekul air		1629 cm ⁻¹	
Chikere, 2020 [1000 cm ⁻¹ dan 1380 cm ⁻¹]	vibrasi regangan Zr-O		1041 cm ⁻¹ , 1386 cm ⁻¹ , dan 952 cm ⁻¹	
Chikere, 2020 [500 cm ⁻¹ sampai 600 cm ⁻¹]	deformasi ikatan Zr-O-Zr		426 cm ⁻¹ sampai 617 cm ⁻¹	
Prasanna, 2015 [1569 cm ⁻¹]	Peregangan quinoid	1550 dan 1524 cm ⁻¹		1554 cm ⁻¹
Prasanna, 2015 [1497 cm ⁻¹]	Cincin benzenoid	1477 cm ⁻¹		1469 cm ⁻¹
Prasanna, 2015 [1295 cm ⁻¹]	regangan C-N	1098 cm ⁻¹ dan 1244 cm ⁻¹		1240 cm ⁻¹
Prasanna, 2015 [1143 cm ⁻¹]	regangan C=N dari amina	1120 cm ⁻¹		

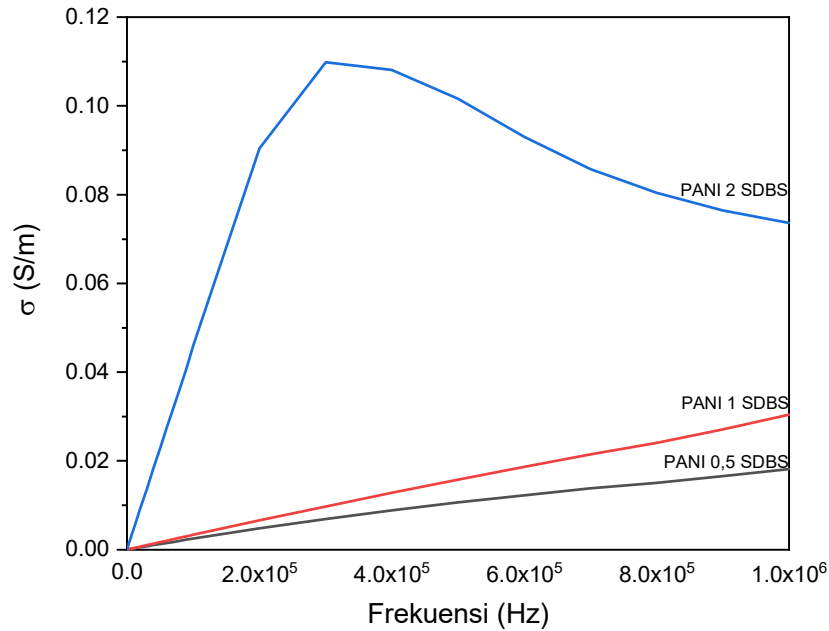
	aromatik sekunder			
Prasanna, 2015 [820 cm ⁻¹]	pembengkokan luar bidang C-H aromatik	870 cm ⁻¹		881 cm ⁻¹
Zhao, 2011 [597 cm ⁻¹]	gugus SO ₃ ²⁻	578 cm ⁻¹		576 cm ⁻¹
Zhu, 2014 [1000-1115 cm ⁻¹]	getaran bengkok dalam bidang C-H	1004 cm ⁻¹ dan 1030 cm ⁻¹		1004 cm ⁻¹
Olad, 2012 [2849-2921 cm ⁻¹]	kelompok metilen dari rantai SDBS	2852 cm ⁻¹ dan 2922 cm ⁻¹		2852 cm ⁻¹ dan 2926 cm ⁻¹
Olad, 2012 [3445 cm ⁻¹]	Ikatan N-H	3408 cm ⁻¹		3456 cm ⁻¹
Prasanna, 2015 [1569 cm ⁻¹]	Peregangan quinoid	1550 dan 1524 cm ⁻¹		1554 cm ⁻¹

4.2 Hasil Pengukuran dan Analisis Konduktivitas Listrik

4.2.1 Konduktivitas Listrik PANI

Pengukuran dan analisis konduktivitas listrik PANI digunakan untuk mengetahui pengaruh penambahan dopan pada PANI. Dapat dilihat pada Gambar 4.8 penambahan SDBS dengan rasio molar SDBS dan Anilin $n(\text{SDBS})/n(\text{Anilin})$ masing-masing 0,5/5; 1/5; dan 2/5 meningkatkan konduktivitas listrik PANI dengan konduktivitas listrik AC dengan rentang 50 – 10⁶ Hz yang diperoleh berturut-turut adalah $4,87 \times 10^{-5} - 1,1 \times 10^{-1}$; $6,1 \times 10^{-5} - 3 \times 10^{-2}$; dan $4,37 \times 10^{-4} - 9,9 \times 10^{-2}$ S/m, menunjukkan kalau semakin besar rasio molar SDBS semakin besar pula konduktivitas listriknya. Zhao dkk telah mengamati juga pengaruh SDBS sebagai pengemulsi pada konduktivitas polianilin dapat dianggap berasal dari dua langkah. Pada langkah pertama, kandungan pengemulsi rendah, sehingga tidak ada cukup SDBS untuk melindungi polianilin yang baru dihasilkan, kekurangan pengemulsi mengakibatkan pengumpulan polimer. Dengan meningkatnya dosis pengemulsi, ukuran partikel dari sistem polimerisasi emulsi polianilin menurun, yang meningkatkan konduktivitas. Tren ini sesuai dengan hasil yang dilaporkan oleh Osterholm yang menggunakan DBSA sebagai pengemulsi dan asam proton sebagai dopan. Pada langkah kedua, kandungan pengemulsi yang lebih tinggi memungkinkan molekul-molekulnya untuk berasosiasi satu sama lain dalam larutan, yang akan menghambat pergerakan bebas rantai molekul polianilin. Selain itu, SDBS ada dalam dua cara yang berbeda: itu adalah dopan dalam rantai molekul dan bertindak sebagai penstabil di permukaan polimer. Pada tahap pertama, dengan meningkatnya jumlah SDBS, tingkat doping juga meningkat. Pita terlarang polianilin lebar pada suhu sekitar, sulit bagi elektron untuk berpindah dari orbit π ke π^* , yang menyebabkan konduktivitas polianilin rendah. Doping SDBS dapat menyebabkan pembentukan tingkat energi pengotor pada pita terlarang polianilin,

pembawa transisi lebih mudah, yang secara langsung mempengaruhi peningkatan konduktivitas polianilin. Dan pada tahap kedua, dengan polianilin yang didoping pada saturasi, SDBS yang berlebihan cenderung ada dalam keadaan asosiasi, yang mempengaruhi transmisi elektronik antara dan di dalam rantai PANI (Zhao dkk., 2011).

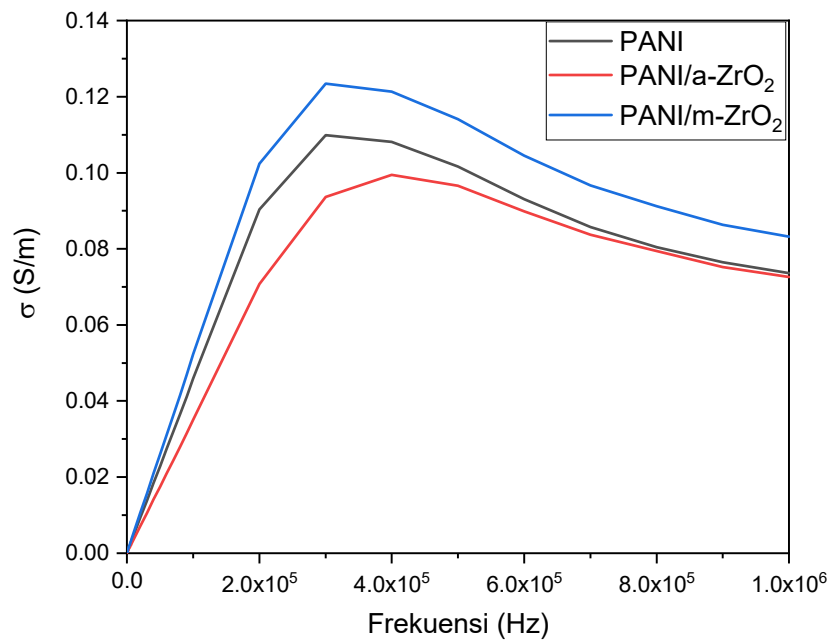


Gambar 4.5 Grafik konduktivitas listrik PANI dengan variasi konsentrasi SDBS

4.2.2 Konduktivitas Listrik Komposit

Perbedaan fasa *filler* komposit PANI/ZrO₂ juga menyebabkan perubahan konduktivitas listrik jika dibandingkan dengan PANI dengan rasio SDBS sama, dapat dilihat pada Gambar 4.9 dengan penambahan *filler* ZrO₂ amorf menyebabkan menurunnya konduktivitas komposit, ini disebabkan karena dua hal yang pertama adalah sifat dasar zirkonia merupakan keramik insulator selain itu ketidak teraturan fasa amorf juga menyebabkan elektron semakin sulit untuk bergerak menyebabkan hambatan semakin tinggi. Akan tetapi dengan penambahan *filler* ZrO₂ monoklinik menyebabkan meningkatnya konduktivitas komposit jika dibandingkan dengan PANI ini disebabkan karena konduktivitas mikroskopis polimer tergantung pada tingkat doping, panjang konjugasi atau panjang rantai sedangkan konduktivitas makroskopik tergantung pada beberapa faktor eksternal seperti kekompakan sampel, orientasi partikel mikro, dll. Dalam komposit, konduktivitas mikroskopis intrinsik kurang lebih sama karena PANI dipolimerisasi dalam kondisi yang identik kecuali perubahan konsentrasi ZrO₂. Dengan meningkatnya konsentrasi ZrO₂, kekompakan sampel meningkat menyebabkan *coupling* melalui batas butir menjadi lebih kuat yang dapat meningkatkan konduktivitas. Selain itu interaksi atom Zr⁴⁺ dan atom N sebagaimana terkonfirmasi dari spektra FTIR, memfasilitasi proses transfer muatan antara komponen sistem dan meningkatkan derajat delokalisasi elektron pada tulang punggung polimer dan, dengan demikian, meningkatkan konduktivitas komposit (Huang, 2011). Hasil pengukuran konduktivitas AC PANI; PANI/a-ZrO₂; dan PANI/m-ZrO₂ berturut-turut adalah $4,37 \times 10^{-4} - 9,9 \times 10^{-2}$; $3,67 \times 10^{-4} - 7,26 \times 10^{-2}$; dan $6,33 \times 10^{-4} - 8,32 \times 10^{-2}$ S/m. Berdasarkan hasil

perhitungan konduktivitas listrik penambahan filler berpengaruh cukup signifikan. Penambahan *filler* a-ZrO₂ menyebabkan turunnya konduktivitas listrik komposit, sedangkan penambahan *filler* m-ZrO₂ menyebabkan kenaikan konduktivitas listriknya. Hal ini diduga disebabkan karena perbedaan struktur *filler*, pada struktur amorf susunannya tidak teratur sedangkan pada struktur monoklinik susunannya teraatur sehingga memudahkan menghantarkan muatan listrik. Penurunan nilai konduktivitas pada frekuensi tinggi diduga karena adanya kalor yang terbentuk pada rantai polimer PANI dan efek kulit pada pengukuran.



Gambar 4.6 Grafik konduktivitas listrik komposit PANI/ZrO₂ dengan variasi *filler*

BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka didapatkan beberapa kesimpulan sebagai berikut.

1. Penambahan konsentrasi SDBS menyebabkan kenaikan konduktivitas listrik PANI.
2. Pada komposit PANI/a-ZrO₂ memiliki konduktivitas listrik yang lebih rendah daripada PANI sedangkan PANI/m-ZrO₂ memiliki konduktivitas listrik yang lebih tinggi daripada PANI.

5.2 Saran

Terdapat beberapa saran untuk penelitian lebih lanjut mengenai polimer konduktif Polianilin dan komposit PANI/ZrO₂

1. Pada tahap sintesis polianilin dan komposit, perlu adanya tahap awal destilasi monomer anilin untuk membuat anilin bebas kontaminasi.
2. Pada tahap sintesis polianilin dan komposit, perlu dilakukan variasi waktu pereaksian lebih lama supaya waktu pereaksian yang maksimal dapat diketahui.
3. Pada tahap sintesis polianilin dan komposit, perlu dilakukan pada kondisi yang lebih ideal yaitu suhu terjaga pada 0 °C agar didapatkan polimerisasi yang lebih optimal.
4. Perlu adanya pengaplikasian polianilin dan komposit lebih lanjut untuk membuktikan sifat konduktivitas yang dimiliki.

Halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR PUSTAKA

- Agarwal, S., Tyagi, I., Gupta, V. K., Golbaz, F., Golikand, A. N., & Moradi, O. (2016). Synthesis and characteristics of polyaniline/zirconium oxide conductive nanocomposite for dye adsorption application. *Journal of Molecular Liquids*, 218, 494–498. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2016.02.040>
- Arnold, B. (2022). Zircon, Zirconium, Zirconia - Similar Names, Different Materials. In *Zircon, Zirconium, Zirconia - Similar Names, Different Materials*. <https://doi.org/10.1007/978-3-662-64269-6>
- Balint, R., Cassidy, N. J., & Cartmell, S. H. (2014). Conductive polymers: Towards a smart biomaterial for tissue engineering. *Acta Biomaterialia*, 10(6), 2341–2353. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2014.02.015>
- Chikere, C. O., Faisal, N. H., Kong-Thoo-Lin, P., & Fernandez, C. (2020). Interaction between amorphous zirconia nanoparticles and graphite: Electrochemical applications for gallic acid sensing using carbon paste electrodes in wine. *Nanomaterials*, 10(3). <https://doi.org/10.3390/nano10030537>
- Huang, H., Guo, Z. C., Zhu, W., & Li, F. C. (2011). Preparation and characterization of conductive polyaniline/zirconia nanoparticles composites. *Advanced Materials Research*, 221, 302–307. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.221.302>
- Kriswandono, Y. (2021). *SINTESIS DAN KARAKTERISASI KOMPOSIT PANI/ZrSiO₄ SEBAGAI BAHAN PELAPIS PADA BAJA KARBON RENDAH*.
- Minin, I. V., & Minin, O. V. (1994). Elements of diffraction quasi-optics. In *Avtometriya* (Issue 3).
- Murti, C. F. K., Aldila, H., Endarko, & Triwikantoro. (2019). Particle size analysis of the synthesised zro2 from natural zircon sand with variation of ph deposition using alkali fusion-coprecipitation method. *Materials Science Forum*, 966 MSF, 89–94. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.966.89>
- Musyarofah, Lestari, N. D., Nurlaila, R., Muwwaqor, N. F., Triwikantoro, & Pratapa, S. (2019). Synthesis of high-purity zircon, zirconia, and silica nanopowders from local zircon sand. *Ceramics International*, 45(6), 6639–6647. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.12.152>
- Nadliriyah, N., Putri, A. L., & Triwikantoro, T. (2019). PANi/ZrO₂-composite coating for corrosion protection in 3.5 M NaCl solution. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 496(1). <https://doi.org/10.1088/1757-899X/496/1/012059>
- Nuryadin, A., & Sciences, N. (2015). *P - 4 THE EFFECT OF NAOH , KOH AND EQUIMOLAR MIXTURE OF NAOH AND KOH ON THE SYNTHESIS OF ZIRCONIA FROM INDONESIAN*. May, 17–19.
- Olad, A., & Ramazani, Z. (2012). Preparation, characterization, and anticorrosive properties of polyaniline nanotubes. *International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials*, 61(12), 949–962. <https://doi.org/10.1080/00914037.2011.610063>
- Prasanna, B. P., Avadhani, D. N., Muralidhara, H. B., Chaitra, K., Thomas, V. R., Revanasiddappa, M., & Kathyayini, N. (2016). Synthesis of polyaniline/ZrO₂

nanocomposites and their performance in AC conductivity and electrochemical supercapacitance. *Bulletin of Materials Science*, 39(3), 667–675. <https://doi.org/10.1007/s12034-016-1196-9>

- Purnama, E. F., & Langenati, S. N. R. (2006). DIBUAT DENGAN MEDIA AIR DAN CAIRAN TUBUH BUATAN (SYNTHETIC BODY FLUID) Preparasi Pelarut SBF 1 Liter Identifikasi Hidroksiapatit dengan XRD Identifikasi Hidroksiapatit dengan FTIR. *Jurnal Sains Materi Indonesia Indonesian Journal of Materials Science*, 154–159.
- Roosz, N., Euvrard, M., Lakard, B., & Viau, L. (2019). A straightforward procedure for the synthesis of silica@polyaniline core-shell nanoparticles. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 573(February), 237–245. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2019.04.036>
- Saranya, K., Rameez, M., & Subramania, A. (2015). Developments in conducting polymer based counter electrodes for dye-sensitized solar cells - An overview. *European Polymer Journal*, 66, 207–227. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2015.01.049>
- Wang, Q., Wang, W. J., Liu, H. J., & Zeng, C. L. (2017). Corrosion behavior of zirconium diboride coated stainless steel in molten 6061 aluminum alloy. *Surface and Coatings Technology*, 313. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.01.069>
- Wang, S. F., Zhang, J., Luo, D. W., Gu, F., Tang, D. Y., Dong, Z. L., Tan, G. E. B., Que, W. X., Zhang, T. S., Li, S., & Kong, L. B. (2013). Transparent ceramics: Processing, materials and applications. *Progress in Solid State Chemistry*, 41(1–2), 20–54. <https://doi.org/10.1016/j.progsolidstchem.2012.12.002>
- William D. Callister, J. (2001). Fundamentals of Materials Science and Engineering. In *John Wiley & Sons, Inc.* https://doi.org/10.1007/978-981-10-2529-7_2
- Zhao, D., Liu, X., Li, Z., & Bai, X. (2011). Effect of emulsion polymerisation conditions on electrical performance of polyaniline. *Pigment and Resin Technology*, 40(2), 84–90. <https://doi.org/10.1108/03699421111113738>

LAMPIRAN

1. Perhitungan Konduktivitas Listrik

Frekuensi (Hz)	Konduktivitas (S/m)				
	SDBS 0.5	SDBS 1	SDBS 2	amorf	monoklinik
50	4.87223E-05	6.09977E-05	0.000437	0.0003675	0.00063328
60	5.39607E-05	6.04034E-05	0.000497	0.0003895	0.00050611
100	4.17335E-05	5.27007E-05	0.000398	0.0002601	0.00047224
200	5.02161E-05	5.76202E-05	0.000411	0.0003668	0.00057564
300	4.76962E-05	6.26987E-05	0.00042	0.0003781	0.00053817
400	3.65855E-05	4.71364E-05	0.00025	0.0002204	0.00037769
500	5.01269E-05	5.18754E-05	0.000385	0.0003029	0.00042271
600	4.31419E-05	5.24903E-05	0.000347	0.00026	0.00035461
700	4.32131E-05	5.48733E-05	0.000368	0.0002968	0.00042064
800	4.85675E-05	5.4901E-05	0.000387	0.0003809	0.00042297
900	4.6044E-05	5.71723E-05	0.000469	0.0003417	0.00052091
1000	4.61773E-05	5.78584E-05	0.000584	0.0004019	0.00061265
2000	6.8054E-05	9.25635E-05	0.001106	0.000743	0.00118662
3000	9.40474E-05	0.000117217	0.001494	0.0011305	0.00170348
4000	0.000114507	0.000155255	0.001967	0.0014584	0.00218489
5000	0.000141701	0.000184012	0.002499	0.0019131	0.00280439
6000	0.000162782	0.000211326	0.002913	0.0021886	0.00323891
7000	0.000192365	0.000248262	0.003399	0.0025878	0.0038376
8000	0.000217823	0.000283286	0.003858	0.0029478	0.00434556
9000	0.000241861	0.000308348	0.004238	0.0032431	0.00488807
10000	0.000269784	0.000346126	0.004681	0.0035663	0.00528937
20000	0.000517533	0.000684013	0.00941	0.0071411	0.01063407
30000	0.000762742	0.001008923	0.013868	0.0105261	0.01569899
40000	0.001012639	0.001345543	0.0184	0.0140769	0.02091643
50000	0.00125872	0.001675823	0.022887	0.017466	0.02601568
60000	0.001501756	0.002007112	0.02743	0.0209037	0.03105866
70000	0.001745464	0.002333626	0.031922	0.0243744	0.03623784
80000	0.00199131	0.002670715	0.036513	0.0278954	0.04144751
90000	0.002236658	0.002997014	0.041111	0.0315042	0.04689311
100000	0.002477406	0.003338753	0.045969	0.0350559	0.05228908
200000	0.004776448	0.006598809	0.090409	0.0707504	0.10241246
300000	0.006861399	0.009701268	0.109844	0.0936534	0.12346621
400000	0.008838328	0.012823218	0.108128	0.0994306	0.12128387

500000	0.010618784	0.015789888	0.101629	0.0966326	0.11407539
600000	0.012237458	0.018639936	0.093046	0.0898874	0.10455824
700000	0.013792443	0.021503355	0.08578	0.0836959	0.09667678
800000	0.015079284	0.024080894	0.080403	0.0793779	0.09124514
900000	0.016570866	0.027104167	0.076465	0.0751962	0.08633702
1.00E+06	0.018162326	0.030400568	0.073626	0.0725706	0.08324701

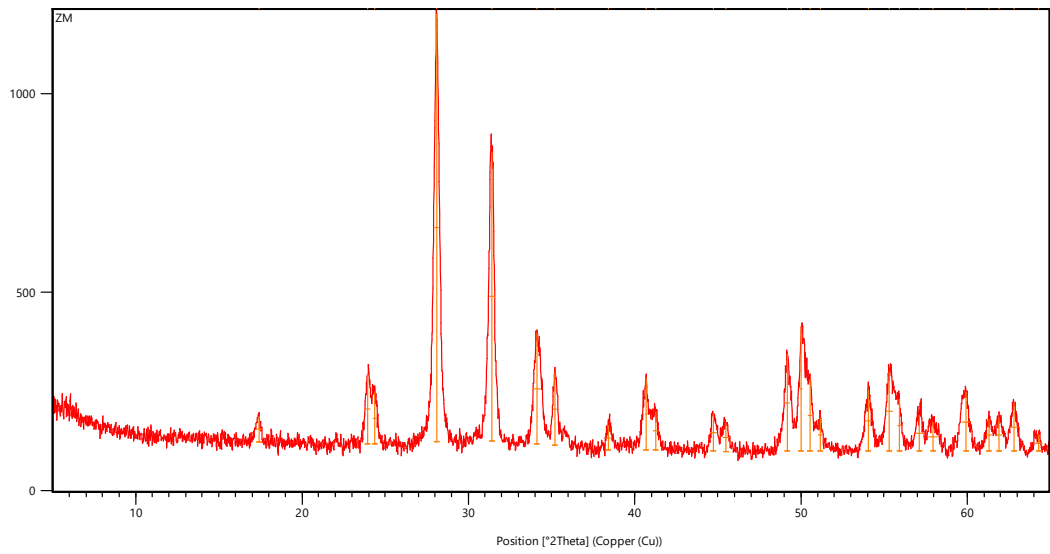
2. Dokumentasi sintesis zirkonia



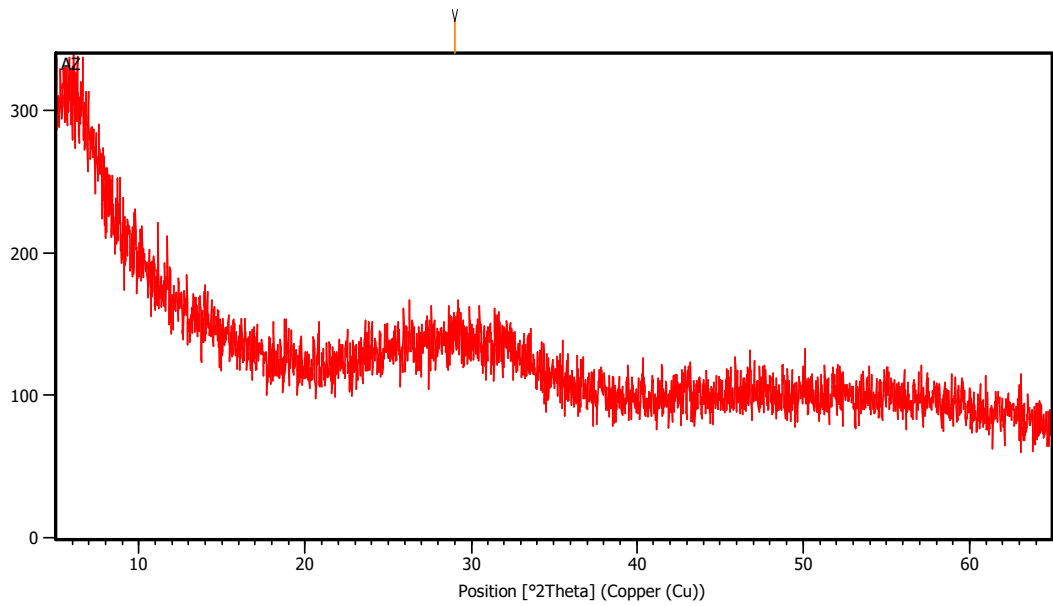
3. Dokumentasi Sintesis PANI



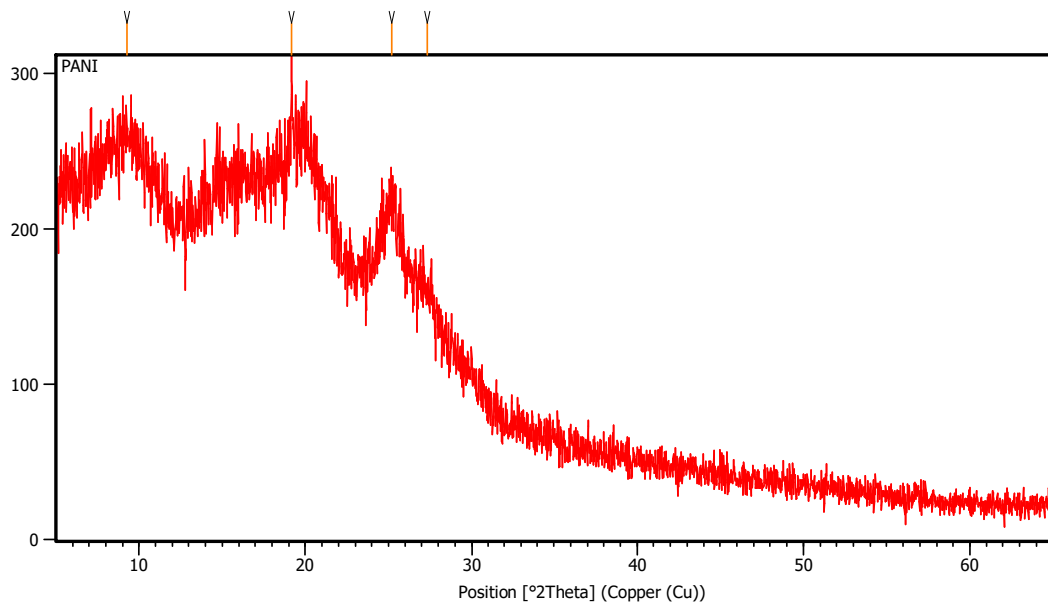
4. Hasil XRD



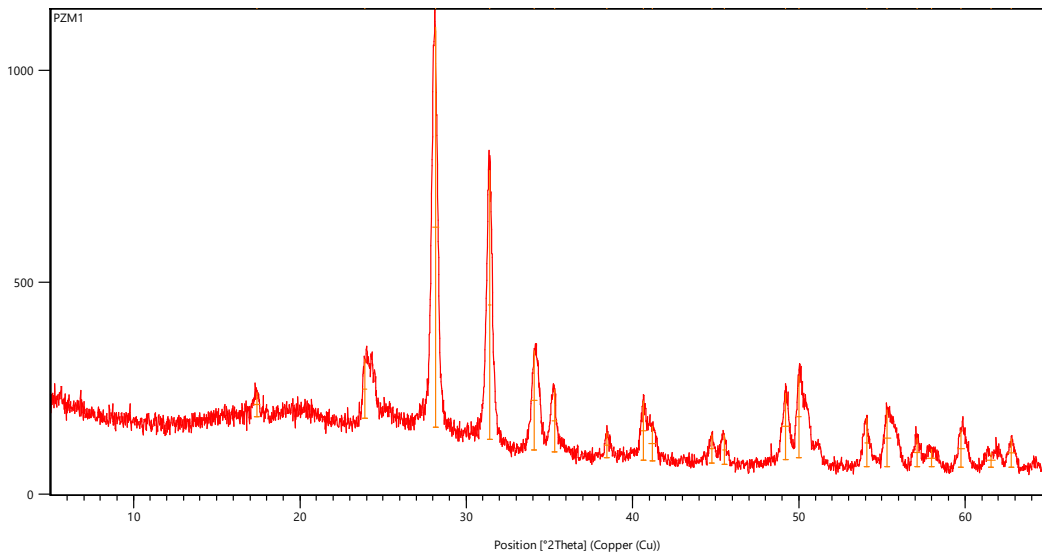
Zirkonia monoklinik



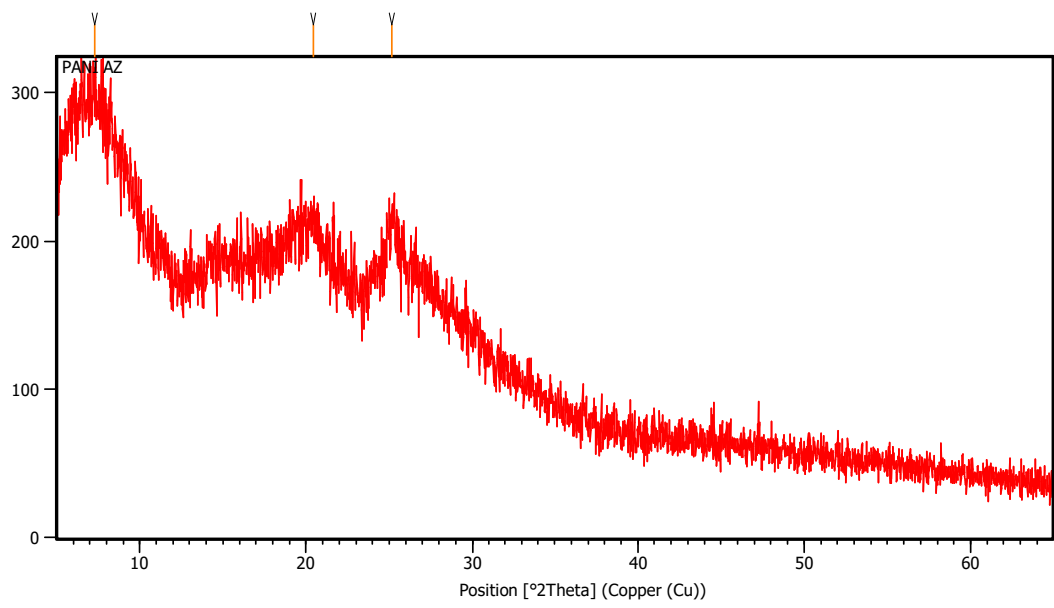
Zirkonia amorf



PANI

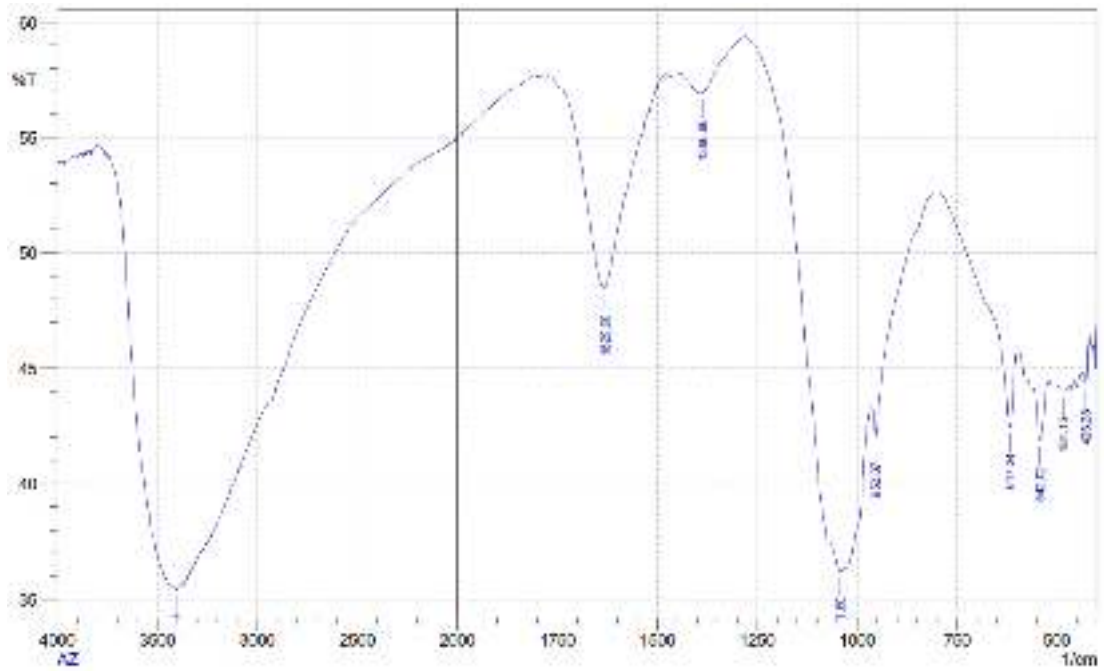


Komposit PANI/m-ZrO₂

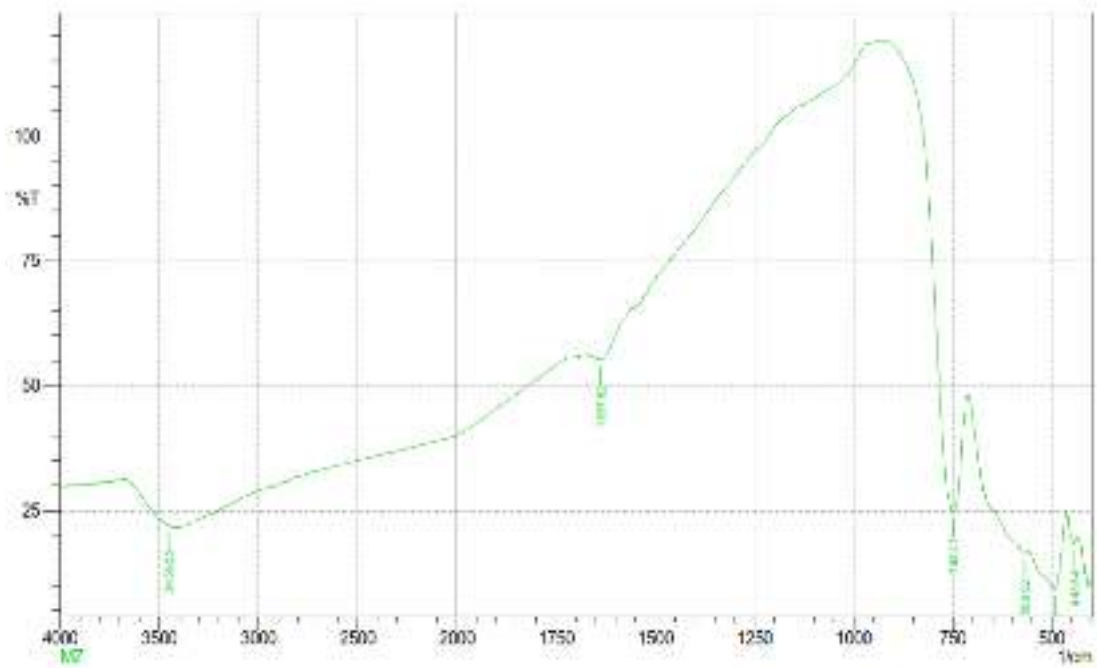


Komposit PANI/a-ZrO₂

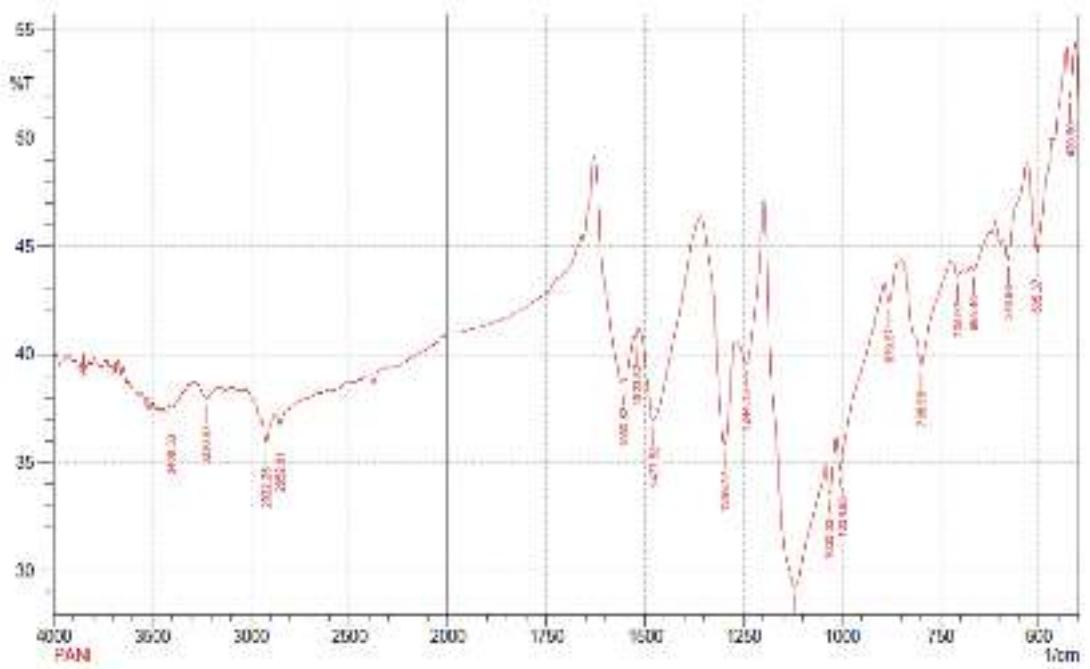
5. FTIR



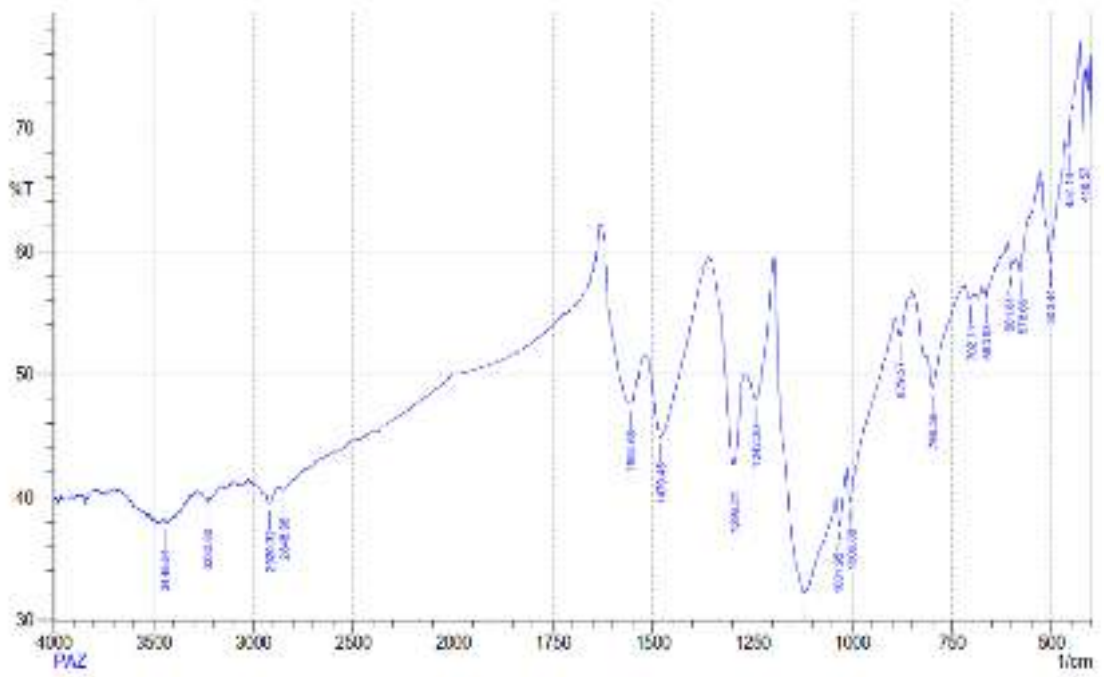
Spektra FTIR α -ZrO₂



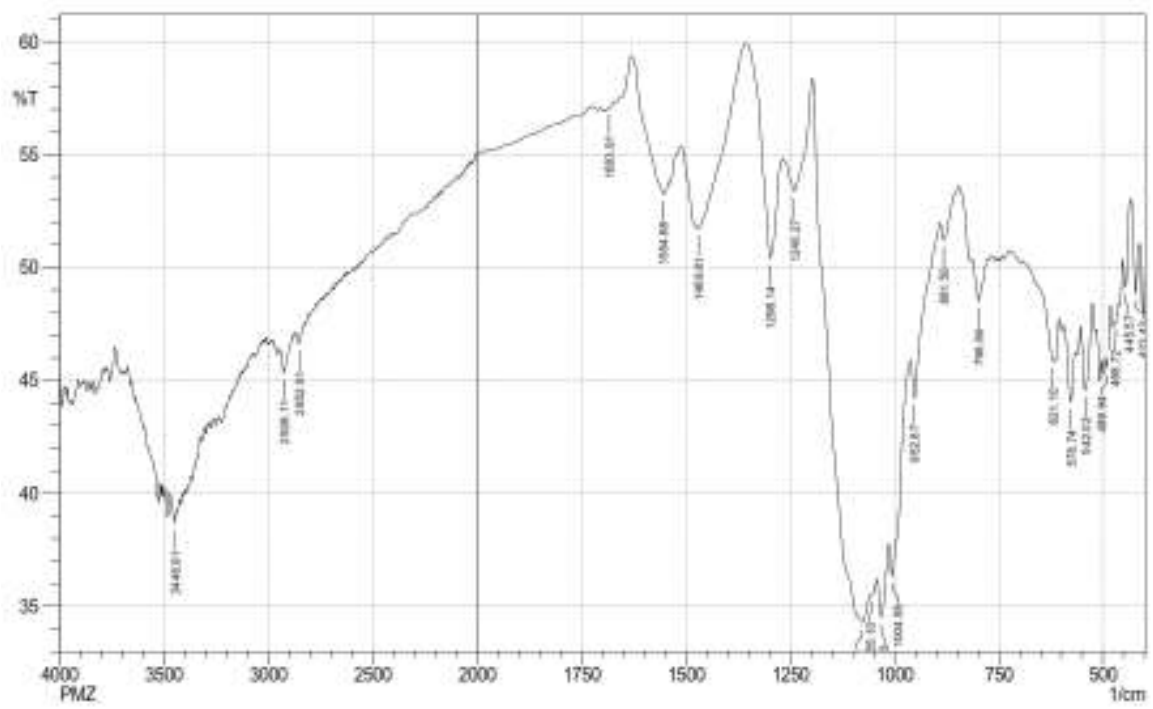
Spektra FTIR m -ZrO₂



Spektra FTIR PANI



Spektra FTIR PANI/a-ZrO₂



Spektra FTIR PANI/m-ZrO₂

6. Perhitungan

Perhitungan persiapan bahan

SDBS:

perbandingan mol anilin: SDBS: APS = 5: 1: 4

$$n \text{ Anilin} = \frac{4,08\text{gr}}{93,13} = 0,0438\text{mol}$$

$$\frac{n(\text{Anilin})}{n(\text{SDBS})} = \frac{5}{1}$$

$$n(\text{SDBS}) = \frac{1}{5}n(\text{Ani})$$

$$n(\text{SDBS}) = \frac{1}{5}(0,0438) = 0,00876$$

$$\text{gram SDBS} = \text{mol} \times \text{Mr}$$

$$\text{gram SDBS} = 0,00876 \times 348,48\text{gr} = 3,05268\text{gr}$$

APS:

$$\frac{n(\text{Anilin})}{n(\text{APS})} = \frac{5}{4}$$

$$n(\text{APS}) = \frac{4}{5}(0,0438)$$

$$\text{gram}(\text{APS}) = \frac{4}{5}(0,0438)(228,19)$$

$$\text{gram APS} = 7,996\text{gr}$$

7,5 wt% ZrO₂:

$$\text{Anilin} = 4\text{ml} = 4\text{cm}^3$$

$$7,5\% = \frac{V_{az}}{V_{az} + V_{ani}}$$

$$\frac{7,5}{100} = \frac{V_{az}}{V_{az} + 4\text{ml}}$$

$$100v_{az} = 7,5v_{az} + 30$$

$$92,5V_{az} = 30$$

$$V_{az} = 0,324\text{cm}^3$$

$$m_{az} = \rho_{az} \times V_{az}$$

$$= 5,32 \times 0,324$$

$$maz = 1,724 \text{ gr}$$

$$Mmz = 5,68 \times 0,324$$

$$= 1.84032 \text{ gr}$$

Contoh perhitungan konduktivitas AC listrik PANI/a-ZrO₂ :

Diameter pellet(d) : 0.0118m

Ketebalan pellet (l) : 0.0015m

Frekuensi (f) : 10000hz

Permitivitas ruang hampa (ϵ_0) : $8.85 \times 10^{-12} \text{ Fm}^{-1}$

Impedansi Real (Z') : 2594.5 Ω

Resistansi (R) : 15823.5 Ω

Luas permukaan : 0.000109m

Menentukan Reaktansi Kapasitansi:

$$X_c = \sqrt{\frac{1}{R^2} - \frac{1}{Z^2}}$$

$$X_c = \sqrt{\frac{1}{R^2} - \frac{1}{Z^2}}$$

$$X_c = \sqrt{\frac{1}{2594.5^2} - \frac{1}{15823.5^2}}$$

$$X_c = 0.000380214$$

Menentukan kapasitas geometri:

$$C_0 = \epsilon_0 * \frac{A}{d}$$

$$C_0 = 8.85 * 10^{12} * \frac{0.000109}{0.0118}$$

$$C_0 = 6.4489 * 10^{-13}$$

Menentukan permitivitas imajiner:

$$\epsilon'' = \frac{Z'}{2\pi f C_0 Z^2}$$

$$\epsilon'' = \frac{2594.5}{2\pi * 10000 * 6.4489 * 10^{-13} * 2594.5^2}$$

$$\epsilon'' = 9517.020356$$

Menentukan konduktivitas listrik ac

$$\sigma_{ac} = 2\pi f \epsilon_0 \epsilon''$$

$$\sigma_{ac} = 0.005289375 \text{ S/m}$$

BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Bojonegoro, 02 Mei 2000, merupakan anak pertama dari 2 bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal yaitu di, MI Fattahul Huda Pungpungan, SMPN 1 Bojonegoro dan SMAN 1 Bojonegoro. Penulis lulus jalur SBMPTN dan diterima di Departemen Fisika FS - ITS pada tahun 2018 dan terdaftar dengan NRP 01111840000054. Di Perkuliahan, Penulis sempat aktif di beberapa kegiatan yang berfokus pada manajerial khususnya bidang legislatif yaitu menjadi Senat Departemen Fisika pada Badan Legislatif Mahasiswa ITS, menjadi Dewan Perwakilan Anggota Himpunan Mahasiswa Fisika ITS, dan yang terakhir sebagai Koordinator Dewan Perwakilan Anggota Himpunan Mahasiswa Fisika ITS. Di Departemen Fisika, penulis juga pernah menjadi Asisten Laboratorium Material Maju Fisika ITS.

LEMBAR PENGESAHAN

PENGARUH KONSENTRASI SDBS DAN FASA ZIRKONIA TERHADAP KONDUKTIVITAS LISTRIK KOMPOSIT POLIANILIN/ZIRKONIA

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat
memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si.) pada

Program Studi S-1 Fisika

Departemen Fisika

Fakultas Sains dan Analitika Data

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh : **M AFFAN CHADZIQ ASHARI**

NRP. 0111184000054

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

- | | |
|---|------------|
| 1. Prof. Dr. rer. nat. Triwikantoro M.Sc. | Pembimbing |
| 2. Linda Silvia, M.Si. | Penguji |
| 3. Dr. Mochamad Zainuri, M.Si. | Penguji |
| 4. Endarko, Ph.D. | Penguji |

