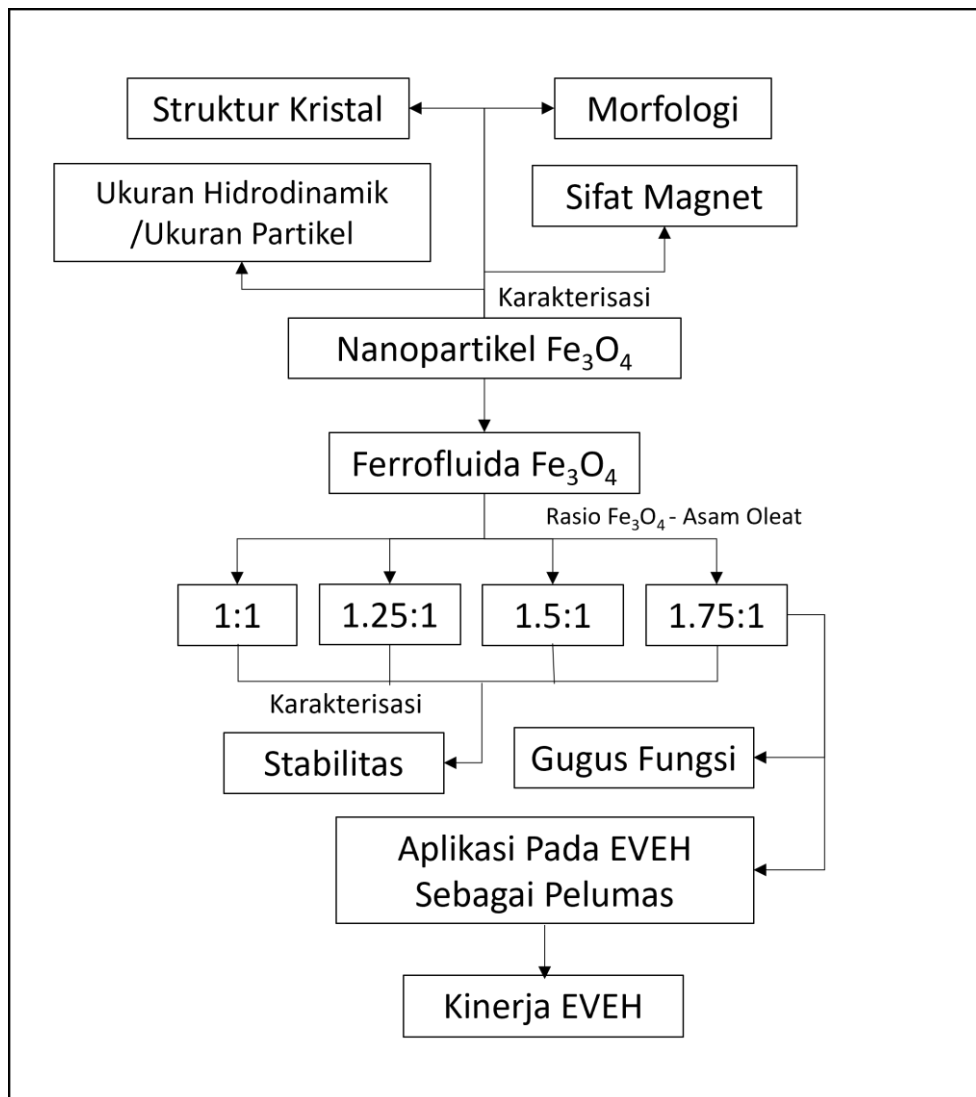


## BAB III METODE PENELITIAN

### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan dari mulai bulan Februari – Mei 2024 yang bertempat di Laboratorium Kimia I, KST Samaun Samadikun, Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) yang berlokasi di Jl. Sangkuriang, Dago, Kecamatan Coblong, Kota Bandung, Jawa Barat (40135).

### 3.2 Desain Penelitian

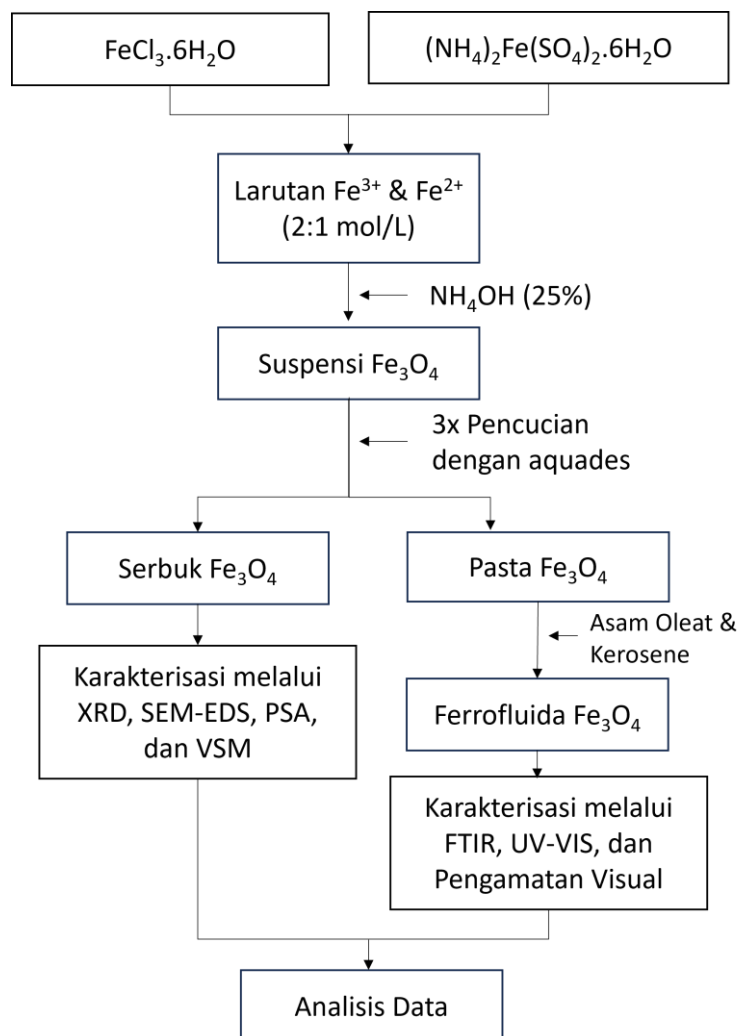


Gambar 3.1 Diagram Desain penelitian

Pembuatan ferrofluida nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  melalui metode dua langkah secara umum diuraikan melalui desain penelitian yang ditunjukkan oleh gambar 3.1. Sintesis nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dilakukan melalui metode kopresipitasi, dan dikarakterisasi melalui *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Scanning Electron Microscope* dilengkapi *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS)*, *Particle Size Analyzer (PSA)*, dan *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)*. Sampel ferrofluida dibuat dengan variasi rasio  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -asam oleat yaitu 1:1, 1,25:1, 1,5:1, dan 1,75. Karakterisasi gugus fungsi menggunakan Fourier transform Infrared Spectroscopy (FTIR) untuk dapat melakukan verifikasi keberhasilan pelapisan asam oleat pada nanopartikel. Kajian kestabilan ferrofluida melalui pengukuran absorbansi UV-Vis dan pengamatan visual. Performa ferrofluida dikaji berdasarkan arus, tegangan, dan daya keluaran EVEH diaplikasikan ferrofluida sebagai pelumas.

### 3.3 Prosedur Penelitian

Dalam penelitian ini ferrofluida dari nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  disintesis melalui metode kopresipitasi. Nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dalam bentuk serbuk dikarakterisasi untuk dikaji. Sedangkan pasta  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  diproses lebih lanjut untuk sintesis ferrofluida. Karakterisasi ferrofluida untuk kajian kestabilan, dan verifikasi keberhasilan pelapisan surfaktan. Secara keseluruhan, diagram prosedur penelitian ditunjukkan gambar 3.2.



Gambar 3.2 Diagram Prosedur Penelitian

### 3.3.1 Prosedur sintesis ferrofluida

Ferrofluida disintesis dengan metode dua langkah. Pertama, preparasi nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  melalui metode kopresipitasi. Kedua, stabilisasi dengan pelapisan asam oleat, serta dispersi nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dalam kerosin.

#### 3.3.1.1 alat dan bahan

Alat yang digunakan dalam sintesis ferrofluida ditunjukkan pada tabel 3.1. Sedangkan bahan yang digunakan ditunjukkan pada tabel 3.2.

Tabel 3.1 Alat yang digunakan dalam sintesis ferrofluida

No	Alat	Fungsi
1.	Timbangan elektrik	Untuk menimbang bahan dasar
2.	Kertas timbangan	Sebagai alas ketika menimbang bahan

3.	Spatula laboratorium	Alat untuk mengambil bahan
4.	<i>Magnetic hot plate stirrer</i>	Pengaduk dan pemanas untuk pelarutan atau pencampuran bahan
5.	Kertas pH	Untuk memeriksa pH larutan
6.	Gelas kimia (120 ml, 50 ml)	Sebagai wadah larutan
7.	Cawan petri	Sebagai wadah untuk pengeringan sampel
8.	Pipet tetes	Untuk mengambil larutan dalam jumlah sedikit, dan untuk titrasi basa ke larutan
9.	Magnet	Membantu mempercepat proses pengendapan nanopartikel magnetik, dan menguji respon ferrofluida terhadap magnet
10.	Mortar dan alu	Untuk menghaluskan sampel menjadi serbuk
11.	Tabung sentrifugasi	Sebagai wadah sampel saat proses sentrifugasi
12.	Set alat sonikator	Memecah aglomerasi partikel dalam larutan
13.	Botol larutan	Sebagai wadah menyimpan larutan
14.	Pot sampel	Sebagai wadah sampel berbentuk serbuk
15.	Ruang asam	Tempat sintesis nanopartikel Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> dan ferrofluida
16.	<i>Dry Cabinet</i>	Sebagai lemari untuk menyimpan sampel agar terhindar dari kelembapan yang dapat menyebabkan oksidasi Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>

Tabel 3.2 Bahan yang digunakan dalam sintesis ferrofluida

No	Alat	Jumlah	Fungsi
1.	Iron (III) Chloride Hexahydrate (FeCl <sub>3</sub> .6H <sub>2</sub> O)	20,274 gram (0,0750 mol)	Sebagai sumber ion Fe <sup>3+</sup>

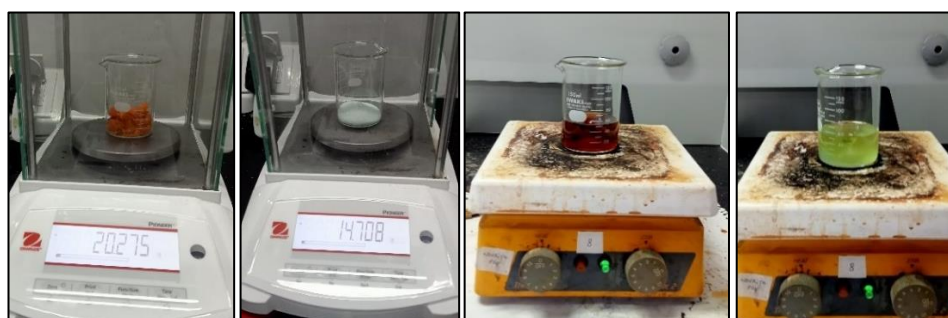
2.	Ammonium Iron (II) Sulfate Hexahydrate ( $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )	14,706 gram (0,0375 mol)	Sebagai sumber ion $\text{Fe}^{2+}$
3.	Aquades	Secukupnya	Sebagai pelarut dalam proses pencucian
4.	Gas Argon	Secukupnya	Digunakan selama proses pencampuran bahan untuk mencegah oksidasi
5.	Larutan ammonia (25%)	55 ml	Larutan aditif ke dalam prekursor besi
6.	Air suling	Secukupnya	Pelarut bahan dasar
7.	Ethyl Etanol (96%)	Secukupnya	Untuk membersihkan wadah sampel
8.	Triton X-100	3 tetes	Digunakan dalam proses sonikasi untuk memecah aglomerasi partikel
9.	Asam oleat	Secukupnya	Surfaktan atau stabilizer nanopartikel
10.	kerosin	40 ml	Dispersan

### 3.3.1.2 preparasi nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4$

Sebelum memulai sintesis, preparasi bahan dilakukan seperti yang ditunjukkan pada gambar 3.3. Bahan dasar yang digunakan adalah  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan rasio mol 2:1 ( $\text{Fe}^{3+}:\text{Fe}^{2+}$ ). Kedua bahan ditimbang dengan timbangan elektrik sesuai komposisi yang ditunjukkan pada tabel 3.3, lalu masing-masing bahan dilarutkan dengan air suling sebanyak 50 ml dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Proses pengadukan dilakukan selama 5 menit untuk larutan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  pada suhu ruang, dan 10 menit untuk  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  pada suhu ruang.

Tabel 3.3 Komposisi Bahan Dasar

Bahan dasar	Massa (gram)	n (mol)	Volume pelarut (ml)
$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	20,274	0,0750	50
$(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	14,706	0,0375	50



(a)

(b)

Gambar 3.3 Preparasi Bahan (a) Penimbangan Bahan Dasar, (b) Pelarutan Bahan Dasar

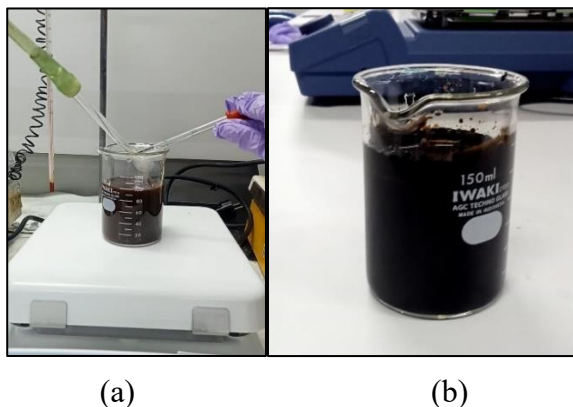
Kedua larutan yang telah disiapkan sebelumnya dimasukkan bersama-sama dalam gelas kimia 120 ml. Larutan campuran diaduk dengan *magnetic stirrer* di atas *hot plate* dengan kecepatan 400 rpm selama 30 menit hingga suhu  $60^\circ\text{C}$  di bawah aliran gas argon.



Gambar 3.4 Proses Pencampuran Bahan Dasar

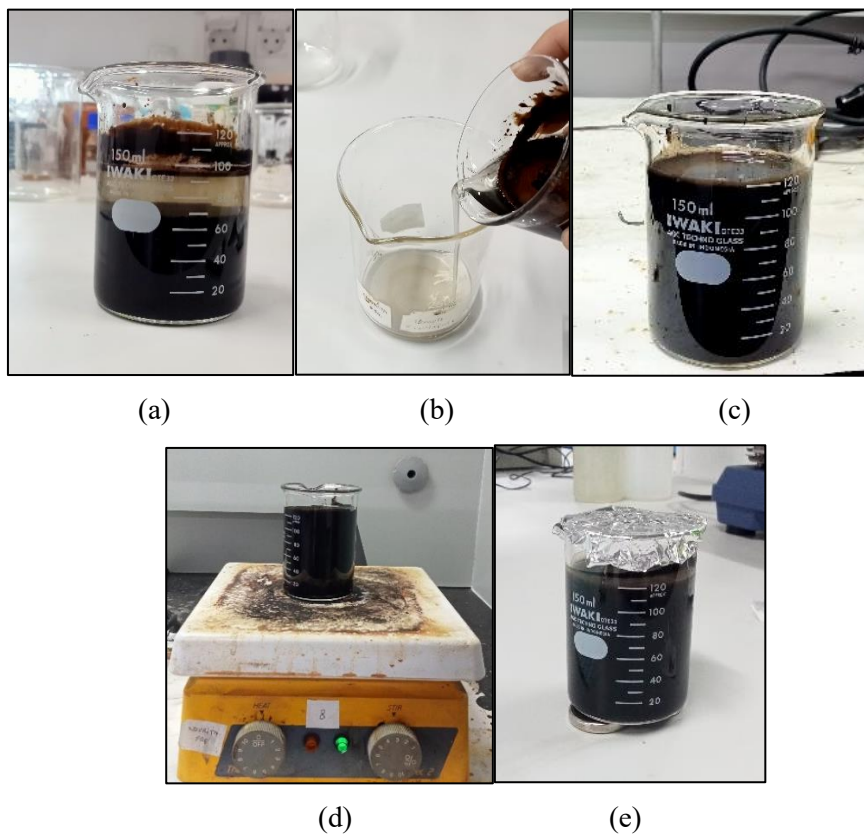
Proses pengadukan larutan campuran dilanjutkan pada kecepatan 400 rpm di suhu  $60^\circ \pm 5^\circ\text{C}$  selama 90 menit. Dalam waktu tersebut, larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  (25%) sebanyak 55 ml ditambahkan dengan cara titrasi (setetes-tetes) ke dalam larutan campuran. Larutan hasil disimpan di suhu ruang dan diendapkan dengan magnet selama  $\pm 12$  jam. Reaksi pencampuran yang mungkin terjadi antara prekursor besi

dengan larutan ammonia yang ditambahkan perlahan menghasilkan produk samping selain partikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , yaitu ammonium klorida, dan ammonium sulfat seperti yang ditunjukkan persamaan (6). Proses pencampuran bahan dan penambahan basa ditunjukkan masing-masing pada gambar 3.4 dan 3.5.



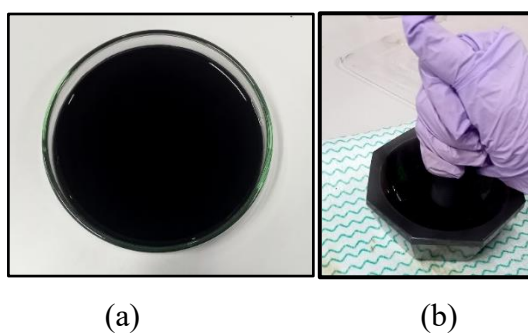
Gambar 3.5 (a) Proses Titrasi Ammonia, (b) Larutan Hasil

Untuk menghilangkan produk samping dari reaksi pencampuran prekursor besi dan ammonia, sehingga proses pencucian dilakukan untuk menghilangkan produk samping tersebut dan partikel magnet lemah seperti yang ditunjukkan oleh gambar 3.6. Pencucian dimulai dengan membuang cairan yang terpisah dari endapan. Gelas kimia yang hanya berisi endapan ditambahkan aquades sebanyak 50 ml, lalu diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 30 menit. Setelah itu, pengendapan dilakukan kembali selama 30 menit, dan cairan yang terpisah dari endapan dibuang. Proses tersebut diulang dari penambahan aquades hingga pemisahan endapan untuk pencucian ke-2 dan ke-3, atau hingga pH netral. Endapan akhir dalam bentuk pasta diperoleh untuk digunakan proses lebih lanjut sintesis ferrofluida, sedangkan sebagian dari endapan diambil untuk proses pengeringan.



Gambar 3.6 Proses Pencucian (a) Pengendapan, (b) Membuang air yang terpisahkan, (c) Penambahan Aquades, (d) Pengadukan, (e) Pengendapan Dengan Magnet

Sebagian endapan dalam bentuk pasta dipindahkan ke cawan petri untuk proses pengeringan seperti yang ditunjukkan oleh gambar 3.7. Pengeringan dilakukan disuhu ruang selama  $\pm 2$  hari. Hasil yang telah dikeringkan dihaluskan dengan alu dan mortar sehingga diperoleh serbuk nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang berwarna hitam. Serbuk disimpan dalam pot sampel untuk karakterisasi struktur kristal, morfologi, dan sifat magnet.

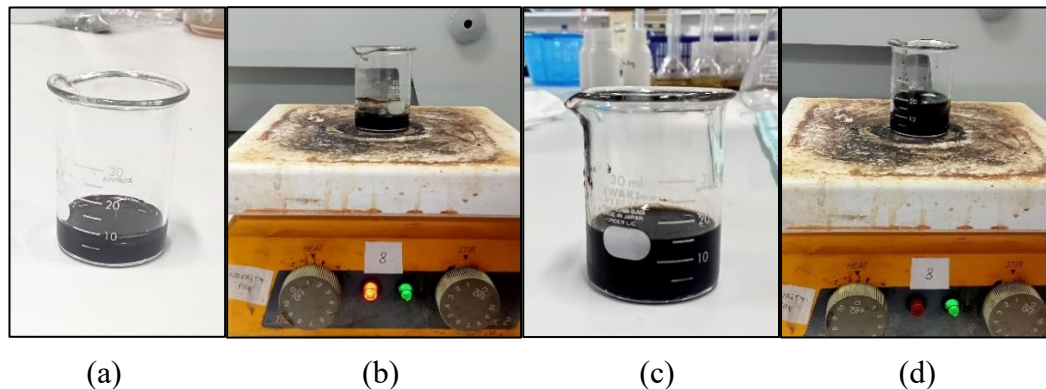


Gambar 3.7 (a) Pengeringan, (b) Proses Penghalusan



### 3.3.1.3 stabilisasi dan dispersi nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4$

Untuk memperoleh ferrofluida, nanopartikel perlu distabilisasi melalui pelapisan nanopartikel dengan asam oleat sebagai surfaktan. Proses pelapisan dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* untuk pasta  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang ditambahkan dengan asam oleat. Pengadukan dilakukan disertai pemanasan di atas *hot plate* selama 30 menit untuk menghilangkan air yang tersisa pada pasta  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .



Gambar 3. 8 Proses Sintesa Ferrofluida (a) Penambahan Asam Oleat, (b) Pengadukan Pasta  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  Dengan Asam Oleat, (c) Penambahan Kerosin, (d) Pengadukan Untuk Dispersi Dalam Kerosin

Setelah nanopartikel distabilisasi, dispersi dengan kerosin sebanyak 10 ml melalui proses pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* di atas *hot plate* selama 60 menit. Terdapat 4 sampel ferrofluida dengan rasio volume  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan asam oleat berbeda-beda, yaitu rentang dengan 1:1, 1,25:1, 1,5:1, dan 1,75:1. dengan komposisi ferrofluida seperti yang ditunjukkan pada tabel 3.4. Variasi rasio dilakukan dengan pertambahan jumlah nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  untuk memperoleh ferrofluida dengan sifat magnet optimal yang stabil. Penentuan rasio dilakukan berdasarkan berdasarkan studi eksperimen sebelumnya dengan jumlah asam oleat melebihi jumlah  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  menghasilkan ferrofluida dengan sifat magnet sangat lemah. Secara keseluruhan, proses stabilisasi dan dispersi nanopartikel tampak pada gambar 3.8.

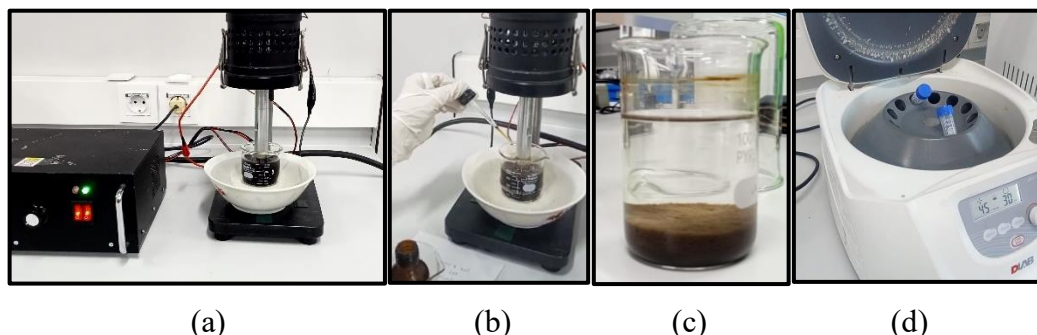
Tabel 3.4 Komposisi ferrofluida

Sampel	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ml	Asam Oleat ml	R (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> :Asam oleat)
FF1	4	4	1:1
FF2	5	4	1,25:1
FF3	6	4	1,5:1
FF4	7	4	1,75:1

### 3.3.2 Preparasi karakterisasi

#### 3.3.2.1 preparasi karakterisasi ukuran partikel

Untuk menyiapkan sampel yang dikarakterisasi menggunakan instrumen *Particle Size Analyzer* (PSA) diperlukan sampel berbentuk cairan dengan kandungan nanopartikel sangat rendah. Cairan dispersan yang digunakan adalah air suling. Ultrasonikasi dan sentrifugasi dilakukan untuk nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dalam air suling seperti yang ditunjukkan gambar 3.9.



Gambar 3.9 Preparasi Karakterisasi Ukuran Partikel (a) Sonikasi Larutan, (b) Penambahan Triton X-100, (c) Pengendapan Larutan Hasil, (d) Sentrifugasi

Dalam proses ultrasonikasi, 1 gram nanopartikel dalam 100 ml air suling disonikasi selama 8 jam, dan 2 jam sonikasi selanjutnya dilakukan setelah 3 tetes Triton X-100 ditambahkan ke dalam larutan. Larutan yang telah disonikasi diendapkan selama sehari. Cairan pada permukaan larutan diambil sebanyak 13 ml untuk dipindahkan ke dalam tabung sentrifugasi. Sehingga larutan dapat disentrifugasi untuk memisahkan partikel yang menggumpal dan untuk dispersi nanopartikel, sentrifugasi dilakukan dengan kecepatan 4500 rpm selama 30 menit. Supernatan yang diperoleh dipindahkan ke tabung sentrifugasi lainnya untuk diuji melalui PSA.

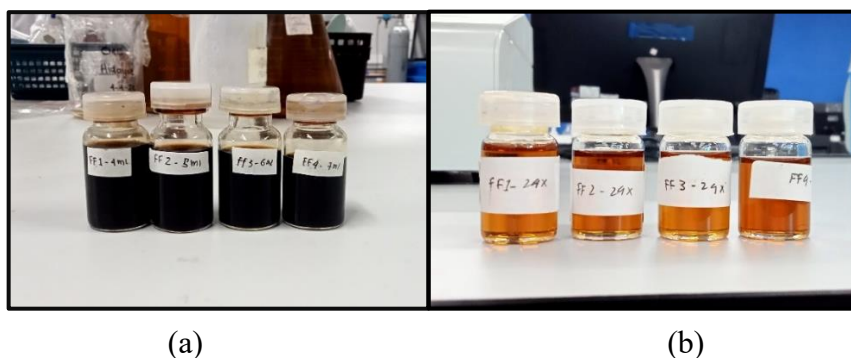
Sulissetiawati, 2024

SINTESIS DAN KAJIAN STABILITAS FERROFLUIDA Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> SERTA POTENSI APLIKASINYA PADA ELECTROMAGNETIC VIBRATION ENERGY HARVESTER

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

### 3.3.2.2 preparasi karakterisasi absorbansi uv-vis ferrofluida

Karakterisasi absorbansi pada rentang panjang gelombang UV-VIS digunakan untuk mengkaji kestabilan 4 sampel ferrofluida dengan rasio  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -asam oleat yang berbeda-beda. Untuk memudahkan pengukuran absorbansi, sampel ferrofluida yang berwarna hitam pekat perlu diencerkan. Pengenceran yang dilakukan sebanyak 24 kali dengan kerosin, atau dengan menambahkan 12 ml kerosin pada 0,5 ml ferrofluida. Gambar 3.10 menunjukkan ferrofluida sebelum pengenceran dan sesudah pengenceran 24 kali untuk pengamatan awal (hari ke-0).



Gambar 3.10 Ferrofluida Awal Pengamatan (a) Sebelum Pengenceran, (b) Setelah Pengenceran 24x

### 3.3.3 Karakterisasi nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4$

Untuk mengkaji karakteristik nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dilakukan karakterisasi struktur kristal nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  melalui *X-Ray Diffraction* (XRD), karakterisasi morfologi dan komposisi sampel melalui *Scanning Electron Microscope* (SEM) disertai *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (EDS), dan karakterisasi ukuran hidrodinamik nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  melalui *Particle Size Analyzer* (PSA), bertempat di BRIN Kawasan Sains dan Teknologi Samaun Samadiukun, Jl. Sangkuriang, Dago, Kecamatan Coblong, Kota Bandung, Jawa Barat (40135). Sedangkan karakterisasi sifat magnet nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) dilakukan di Laboratorium Bahan Maju Nuklir Puspiptek Serpong, Jl. Raya Serpong, Muncul, Kec. Setu, Kota Tangerang Selatan, Banten (15314).

### 3.3.3.1 karakterisasi struktur kristal

Karakterisasi struktur kristal dengan X-Ray Diffraction (XRD) untuk memperoleh pola difraksi, informasi struktur kristal, parameter kisi, dan ukuran kristalit nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Data yang diperoleh melalui XRD adalah sudut difraksi ( $2\theta$ ) terhadap intensitas difraksi. Karakterisasi struktur kristal dilakukan menggunakan XRD Bruker D8 Advance 3kW, Difraksi Bragg-Benato dengan detektor LynxEye XE-T, dan sumber radiasi Cu K alfa. Kondisi pengukuran karakterisasi pada kelembapan ruang 53%, dan suhu  $19.6^\circ\text{C}$ .

### 3.3.3.2 karakterisasi morfologi dan komposisi sampel

Karakterisasi morfologi dan komposisi sampel dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM) disertai *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (EDS) untuk mengetahui dispersibilitas partikel, dan elemen yang terkandung dalam sampel. Melalui karakterisasi ini diperoleh data berupa gambar morfologi sampel perbesaran 2500x – 50.000x, dan grafik yang menunjukkan persentase elemen Fe dan O pada sampel.

### 3.3.3.3 karakterisasi ukuran hidrodinamik partikel

Karakterisasi menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA) untuk memperoleh ukuran hidrodinamik partikel. Melalui karakterisasi ini, akan diperoleh grafik distribusi ukuran berdasarkan volume dan nilai indeks polidispersitas untuk identifikasi keseragam ukuran partikel. Karakterisasi ukuran hidrodinamik menggunakan Malvern Panalytical Zetasizer.

### 3.3.3.4 karakterisasi sifat magnet

Karakterisasi sifat magnet menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM) untuk mengetahui nilai magnetisasi saturasi ( $M_s$ ), magnetisasi remanen ( $M_r$ ), dan medan koersivitas ( $H_c$ ) nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Data yang diperoleh melalui karakterisasi ini adalah momen magnet spesifik dan medan magnet eksternal yang digunakan. Instrumen VSM dengan metode vibrasi dalam rentang medan magnet luar 1 T pada suhu ruang.

### 3.3.4 Karakterisasi ferrofluida

Dalam mengkaji ferrofluida dilakukan karakterisasi gugus kimia pada nanopartikel yang terlapisi asam oleat menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), dan kestabilan ferrofluida melalui karakterisasi absorbansi UV-Vis. Tempat pelaksanaan kedua karakterisasi tersebut dilakukan di BRIN Kawasan Sains dan Teknologi Samaun Samadiukun, Jl. Sangkuriang, Dago, Kecamatan Coblong, Kota Bandung, Jawa Barat (40135). Selain karakterisasi absorbansi UV-Vis, kajian kestabilan ferrofluida dilakukan melalui pengamatan visual yang bertempat di Laboratorium Fisika Material, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FPMIPA), Universitas Pendidikan Indonesia.

#### 3.3.4.1 karakterisasi gugus kimia pada nanopartikel dilapisi asam oleat

Karakterisasi gugus kimia melalui *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) dilakukan untuk dapat melakukan verifikasi keberhasilan pelapisan asam oleat pada permukaan nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Data yang diperoleh pada karakterisasi ini adalah data bilangan gelombang dan %transmitansi. Pengukuran pada absorpsi radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang *mid-infrared* ( $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ ).

#### 3.3.4.2 karakterisasi absorbansi UV-Vis

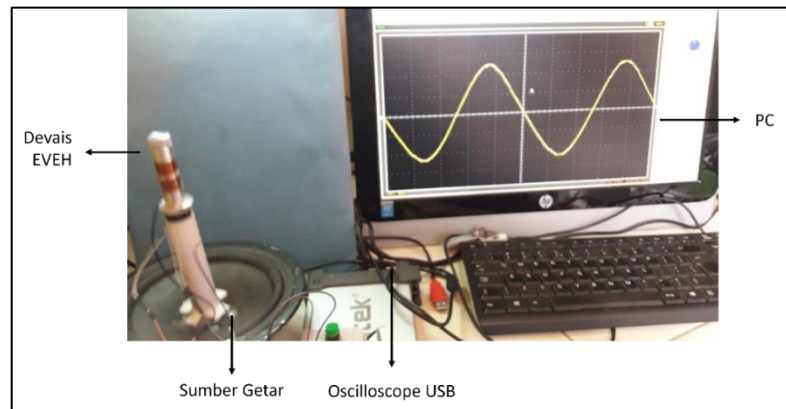
Karakterisasi absorbansi UV-Vis dilakukan untuk analisis kestabilan ferrofluida dalam jangka waktu 29 hari melalui data absorbansi pada rentang panjang gelombang 400 nm – 800 nm. Pengukuran dilakukan pada hari ke-0 dan hari ke-29 pengendapan ferrofluida. Karakterisasi dilakukan menggunakan instrumen UV-Vis Agilent Carry 60.

#### 3.3.4.3 pengamatan visual

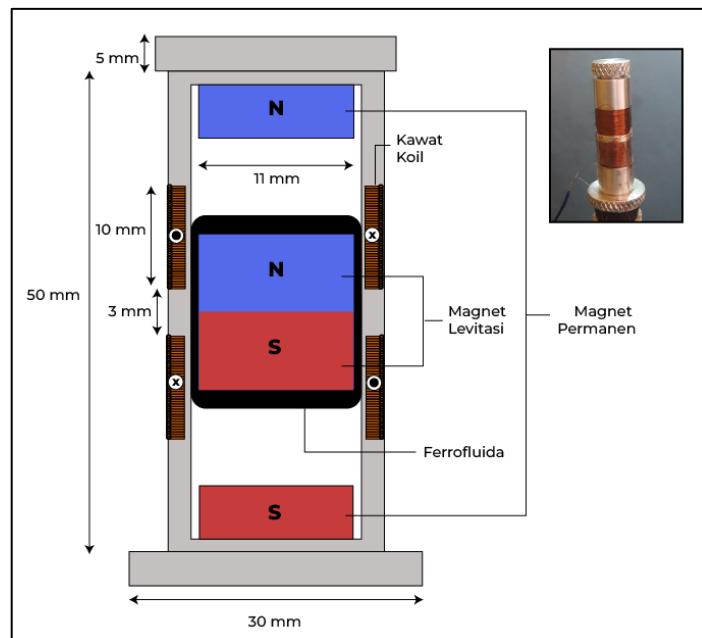
Pengamatan visual pembentukan sedimentasi pada ferrofluida sebagai metode kualitatif untuk mengkaji stabilitas ferrofluida. Pengamatan dilakukan selama 29 hari dengan interval 7-8 hari melalui dokumentasi dari sampel FF-1, FF-2, FF-3, dan FF-4 menggunakan kamera *Smartphone* Oppo tipe A15.

### 3.3.5 Karakterisasi performa EVEH dengan ferrofluida sebagai pelumas

Karakterisasi performa EVEH yang diaplikasikan ferrofluida dilakukan untuk memperoleh gambaran potensi ferrofluida pada EVEH sebagai pelumas. Luaran dari aplikasi ferrofluida sebagai pelumas EVEH adalah tegangan (V), arus (I), dan daya (P) keluaran dari EVEH melalui penerapan frekuensi vibrasi eksternal sebesar 20 Hz. Rangkaian untuk pengukuran EVEH ditunjukkan oleh gambar 3.11 (a). Hasil sinyal tegangan keluaran diperoleh dengan menggunakan perangkat lunak Hantek 6022BE ver 1.0.6 untuk memperoleh sinyal osiloskop yang akurat.



(a)



(b)

Gambar 3.11 (a) Rangkaian pengukuran EVEH (b) Desain EVEH Diaplikasikan Ferrofluida Sebagai Pelumas

Desain dari EVEH yang diaplikasikan ferrofluida sebagai pelumas ditunjukkan gambar 3.11 (b). Komponen EVEH terdiri atas magnet permanen berjumlah 2 magnet NdFeB, magnet levitasi yang merupakan magnet permanen ferit, kawat koil berdiameter 0,1 mm dengan masing- masing lilitan berjumlah 650 lilit, dan kontainer dengan bahan resin yang dilapisi bahan alumunium. Pengujian EVEH yang diaplikasikan ferrofluida sebagai pelumas dilakukan melalui tahapan berikut:

1. Menyiapkan EVEH, alat ukur osiloskop, dan ampere meter.
2. Melapisi seluruh permukaan magnet permanen dengan ferrofluida.
3. Menempatkan magnet permanen dalam ruang tabung utama.
4. Menempatkan EVEH pada vibrator.
5. Mengukur tegangan keluaran menggunakan osiloskop dan arus keluaran dengan ampere meter.

### 3.3.6 Analisis karakteristik nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

#### 3.3.6.1 analisis struktur kristal

Identifikasi struktur kristal, indeks miller masing-masing puncak difraksi, kandungan fasa Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> atau fasa lainnya, dan ukuran kristalit diperoleh melalui analisis data karakterisasi menggunakan XRD. Data intensitas difraksi terhadap sudut difraksi ( $2\theta$ ) dalam bentuk grafik dicocokkan dengan *database* ICDD (International Centre for Diffraction Data) untuk fasa Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (PDF Card 00-019-0629), dan *database* COD (Crystallography Open Database) untuk fasa  $\alpha$ -FeOOH (COD: 9002158), menggunakan perangkat lunak GSAS-II dengan metode *refinement rietveld multiphase*. Tingkat kecocokan pola difraksi dengan *database* dapat diketahui melalui nilai GoF (Good of Fitness), dan wR (Weighted R-factor) yang diperoleh. Perhitungan ukuran kristalit rata-rata dilakukan dengan metode statistik berdasarkan persamaan (7) yang merupakan persamaan Debye-Scherrer. Nilai FWHM tiap puncak diperoleh melalui pengolahan data pada Origin Pro 2021.

$$D_{hkl} = \frac{K\lambda}{B_{hkl} \cos \theta} \quad \dots(7)$$

dengan,

$D_{hkl}$  : ukuran kristalit arah tegak lurus bidang kisi

$hkl$  : indeks miller bidang

$\lambda$  : panjang gelombang sumber radiasi

$K$  : konstanta Scherrer (aproksimasi 0.9)

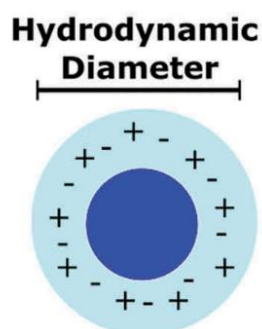
$B_{hkl}$  : lebar puncak difraksi sinar-X atau FWHM (*full-width at half-maximum*)

$\theta$  : sudut bragg

### 3.3.6.2 analisis morfologi nanopartikel

Data karakterisasi melalui SEM dianalisis untuk memperoleh informasi morfologi permukaan yaitu bentuk partikel, diameter partikel, keseragaman ukuran, ataupun keberadaan aglomerasi. Pengukuran diameter partikel ataupun ukuran agregasi dapat dilakukan melalui perangkat lunak ImageJ. Sedangkan konsentrasi atau persentase elemen Fe dan O diperoleh melalui karakterisasi menggunakan EDS.

### 3.3.6.3 analisis ukuran hidrodinamik partikel



Gambar 3.12 Skema Diameter Hidrodinamik Partikel (Maguire dkk., 2018)

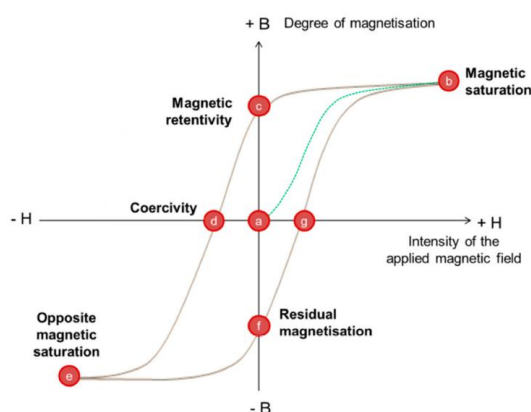
Pengukuran menggunakan metode *Dynamic Light Scattering* (DLS) melalui instrumen *Particle Size Analyzer* (PSA) untuk mengukur ukuran partikel sebenarnya dalam koloid (Sulungbudi dkk., 2017). Pengukuran ini memungkinkan untuk mengetahui distribusi ukuran dari partikel teraglomerasi yang dipecah menggunakan koagulan melalui ultrasonikasi. Berbeda dengan pengukuran melalui TEM, dan SEM yang menghasilkan data ukuran nanopartikel secara fisik, ukuran nanopartikel melalui PSA merujuk pada diameter partikel mencakup modifikasi atau pelapisan permukaan dalam koloid disebut juga sebagai ukuran hidrodinamik seperti yang ditunjukkan gambar 3.12 (Maguire dkk., 2018). Pengukuran diameter partikel menggunakan pendekatan ukuran partikel dengan bentuk bulat. Selain itu, dapat diketahui juga tingkat keseragaman ukuran dari nanopartikel  $Fe_3O_4$  melalui



nilai indeks polidispersitas sampel yang diperoleh. Indeks polidispersitas (indeks polidispersitas) merupakan parameter untuk tingkat dispersi ukuran partikel. Partikel monodispersi memiliki nilai indeks polidispersitas  $< 0,05$ , sedangkan pada partikel dengan distribusi ukuran lebar atau polidispersi memiliki nilai indeks polidispersitas  $> 0,7$  (Standar ISO 22,412:2017 and ISO 22,412:2017) (Mudalige dkk., 2018).

### 3.3.6.4 analisis Sifat Magnet

Sifat magnet nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dianalisis melalui kurva histerisis yang diperoleh dari plot data momen magnet per satuan massa terhadap medan magnet luar. Data tersebut diperoleh melalui karakterisasi sifat magnet menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM). Besaran yang diperoleh dari kurva histerisis adalah magnetisasi saturasi ( $M_s$ ) yaitu nilai magnetisasi maksimum, magnetisasi remanen ( $M_r$ ) yaitu besar magnetisasi ketika medan magnet luar nol, dan medan koersivitas ( $H_c$ ) yaitu besar medan magnet eksternal ketika magnetisasi nol. Besaran-besaran tersebut dalam kurva histerisis ditunjukkan oleh gambar 3.13.



Gambar 3.13 Kurva Histerisis Material Magnetik (Wallyn dkk., 2019)

### 3.3.7 Analisis pengaruh rasio $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -OA terhadap kestabilan ferrofluida

#### 3.3.7.1 analisis gugus fungsi

Untuk verifikasi keberhasilan sintesis pelapisan asam oleat sebagai surfaktan pada nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dilakukan dengan analisis gugus fungsi dari pengujian menggunakan *Fourier transform Infrared Spectroscopy* (FTIR). Hasil FTIR yang dibandingkan dengan database FTIR oleic acid, dan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada NIST Chemistry Webook.

Sulissetiawati, 2024

**SINTESIS DAN KAJIAN STABILITAS FERROFLUIDA  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  SERTA POTENSI APLIKASINYA PADA ELECTROMAGNETIC VIBRATION ENERGY HARVESTER**

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

### 3.3.7.2 analisis kestabilan

Analisis stabilitas ferrofluida secara kuantitatif melalui pengukuran absorbansi UV-Vis dalam jangka waktu 29 hari. Pada ferrofluida yang stabil, absorbansi pada pengukuran hari ke-0 dan hari ke-29 cenderung konsisten atau menurun relatif kecil. Namun pada ferrofluida yang tidak stabil, menunjukkan penurunan absorbansi secara signifikan pada hari ke-29. Sedangkan secara kualitatif, kestabilan dianalisis melalui hasil pengamatan visual. Analisis kestabilan melalui pengamatan pembentukan sedimentasi, untuk ferrofluida stabil cenderung tidak menunjukkan adanya sedimentasi.

### 3.3.8 Analisis performa EVEH dengan ferrofluida sebagai pelumas

Performa EVEH yang diaplikasikan ferrofluida sebagai pelumas dianalisis melalui arus, tegangan, dan daya yang dihasilkan EVEH. Analisis performa dengan mengaitkan gerak magnet induksi yang diberi pelumas terhadap arus, tegangan, dan daya keluaran.