

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan selama bulan Februari hingga Juli 2017 di Laboratorium Analitik Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya.

#### **3.2 Bahan Penelitian**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi padatan  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  (Sigma-Aldrich 98%), padatan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (Sigma-Aldrich 97%), Polyvinyl Alcohol, Ammonia p.a. 25% dan aquades.

#### **3.3 Alat Penelitian**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi seperangkat alat gelas, timbangan analitik, *syring pump*, *freeze dryer*, *X-Ray Diffraction (X-RD)*, *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*.

#### **3.4 Tahapan Penelitian**

1. Pembuatan sintesis nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -PVA
2. Karakterisasi nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -PVA
3. Analisis data

#### **3.5 Prosedur Penelitian**

##### **3.5.1 Sintesis Nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4$ -PVA**

Prosedur pembuatan nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  merujuk pada penelitian yang dilakukan oleh Ghanbari [12] dengan melakukan beberapa modifikasi. Nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  disiapkan terlebih dahulu dengan pencampuran  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan rasio mol 1:2 ke dalam 100 mL aquades. Selanjutnya disiapkan polivinil alkohol sebanyak 5, 7, dan 9 gram dilarutkan dalam 100 mL aquades dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* diatas hotplate. Kemudian larutan  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  diletakkan pada alat sonikator dan ditambahkan larutan ammonia ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) 2 M melalui pompa *syringe* dengan kecepatan 20 mL/jam. Selanjutnya akan terbentuk endapan berwarna hitam. Endapan berwarna hitam yang diperoleh dicuci dengan aquades hingga pH

normal. Sampel dikeringkan menggunakan *freeze dryer* dan disimpan sebelum dikarakterisasi.

### **3.5.2 Karakterisasi Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menggunakan X-RD**

Karakterisasi nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan XRD untuk menentukan ukuran kristalit, morfologi dan komponen nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> serta parameter kisi

### **3.5.3 Karakterisasi Nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menggunakan FTIR**

Karakterisasi nanopartikel Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan FTIR untuk menentukan vibrasi dan rotasi molekul yang melapisi nanopartikel sehingga terekam dalam FTIR.

### **3.5.4 Analisis Data**

Hasil sampel yang dianalisis menggunakan instrument FTIR digunakan untuk mempelajari permukaan nanopartikel. Pada penentuan nanopartikel menggunakan instrument XRD dihasilkan data ukuran kristalit dan lebar kisi.