

# ITM-39: SINTESIS DAN KARAKTERISASI SIFAT FISIKA *TONER* BERBASIS PASIR BESI DENGAN METODE POLIMERISASI EMULSI

Siti Zulaikah<sup>1\*)</sup>, Nandang Mufti<sup>1)</sup>, Abdulloh Fuad<sup>1)</sup>, Firry Melati Sukma<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup>Jurusan Fisika, FMIPA Universitas Negeri Malang,

\*)Email: [sities2000@yahoo.com](mailto:sities2000@yahoo.com)

## Abstrak

*Toner* berbasis pasir besi dengan kandungan mineral dominan magnetite berhasil disintesis dengan metode polimerisasi emulsi. Bahan baku toner tersebut terdiri dari karbon, polimer yang terbuat dari stereofom, magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) yang diekstrak dari pasir besi dan dikecilkan ukuran bulirnya dengan metode kopretisipasi. Dari hasil uji SEM diperoleh ukuran bulir rata-rata 6,007 mikron. Ukuran tersebut relatif kecil bila dibandingkan dengan ukuran bulir rata-rata toner pasaran yaitu sebesar 10 mikron. Struktur XRD dari toner yang dihasilkan menunjukkan kesamaan dengan toner pasaran, Sementara itu susceptibilitas magnetik dari toner tersebut memiliki nilai yang berada pada rentang  $200 \times 10^{-8}$  hingga  $900 \times 10^{-8} \text{ m}^3/\text{kg}$ . Harga susceptibilitas magnetik menurun seiring dengan penurunan ukuran bulir atau waktu milling. Sifat kelistrikan dari toner tersebut yang dalam penelitian ini terukur dari dielektrisitas dan resistivitas, menunjukkan rentang nilai dari 7 hingga 21 Hz untuk dielektrisitas dan 18.500 hingga 34.000 ohm cm untuk resistivitas. Nilai konstanta dielektrik dan resistivitas cenderung meningkat seiring dengan menurunnya ukuran bulir toner.

Kata Kunci: Sintesis *Toner*, Pasir Besi, Suseptibilitas Magnetik, Dielektrisitas, Resistivitas, Polimerisasi Emuls

## 1. Pendahuluan

Sintesis dan karakterisasi *toner* dengan bahan baku pasir besi lokal telah dikembangkan secara terus menerus dalam tiga tahun terakhir ini di laboratorium sentral Universitas Negeri Malang (UM). Penelitian dan pengembangan tersebut dilakukan dalam upaya pemanfaatan kelimpahan bahan baku lokal seperti pasir besi yang mengandung magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) tinggi dan memiliki potensi dalam menopang industri dalam negeri. Upaya untuk memanfaatkan magnetite dalam pasir besi sebagai bahan baku toner dimotivasi dari penemuan sebelumnya dalam penelitian tentang karakteristik mineral magnetik yang terdapat dalam toner [1], didukung dengan karakterisasi sifat magnetik dan fisis berbagai produk toner pasaran [2].

Penelitian ini diawali dengan mengkarakterisasi berbagai sumber

magnetite seperti karakterisasi mineral magnetik pada *bottom ash* [3][4], karakterisasi mineral magnetik pada *fly ash* baik pasaran maupun sisa pembakaran batu bara dari PT IPMOMI PAITON [5] dan karakterisasi mineral magnetik pada pasir besi dari Lumajang [6] serta karakterisasi pasir besi dari pantai Senggigi, Lombok NTB [7].

Pada awalnya, sintesis *toner* dilakukan dengan cara konvensional yaitu dengan pencampuran bahan baku secara langsung dan dilakukan penggerusan dengan *high ball mill*. Dalam tahap ini diperoleh toner dengan bahan baku magnetite yang berasal dari *fly ash* memiliki ukuran bulir berkisar antara 1,982  $\mu\text{m}$  sampai dengan 26,44  $\mu\text{m}$  [8].

Sintesis *toner* menggunakan bahan utama pasir besi dengan metode konvensional (penggerusan) seperti di atas masih terbentuk beberapa fase antara lain C,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sedangkan pada *toner*

pasaran fase yang terbentuk hanya  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Hasil uji dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*) juga di dapatkan ukuran bulir dibawah  $14 \mu\text{m}$ . Hal ini menunjukkan bahwa ukuran bulir *toner* masih kasar dan bentuk bulir *toner* masih belum sama, selain itu ukuran bulir juga masih belum seragam [9]. Disisi lain, pengaruh lama penggerusan mekanik atau *mechanical milling* menyebabkan ukuran bulir semakin kecil, harga suseptibilitas magnetik semakin menurun dan sebaliknya harga konstanta dielektrik meningkat [10]. Pengukuran serupa juga pernah dilakukan pada material seperti *Ultrafine Zinc Ferrite* [11].

Menurut Hays (1991), *toner* ideal memiliki ukuran partikel di bawah  $10 \mu\text{m}$ . Peningkatan kualitas *toner*, dengan memperhalus bentuk serta menurunkan ukuran bulir sangat ditentukan oleh metode sintesis yang digunakan [12]. Salah satu metode sintesis yang dapat digunakan adalah metode polimerisasi kimia yang dipatenkan untuk pembuatan *toner*, termasuk diantaranya polimerisasi suspensi, polimerisasi emulsi, polimerisasi dispersi, interface atau polimerisasi radikal bebas, dan proses agregasi. Di antara metode tersebut, metode polimerisasi emulsi memiliki keunggulan dalam mempersiapkan partikel *toner* dengan bentuk bulat sempurna dibandingkan dengan polimerisasi suspensi [13][14].

## 2. Metode Penelitian

Penelitian ini diawali dengan pengambilan sampel di lapangan, kemudian dilakukan ekstraksi dan preparasi serta uji sampel dalam laboratorium.

Tahap preparasi dilakukan dengan ekstraksi *magnetite* ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) pada pasir besi untuk menghasilkan pasir besi dengan kemurnian magnetite tinggi. Langkah berikutnya adalah melakukan variasi komposisi bahan-bahan pembuatan *toner* seperti *magnetite* ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) sebagai bahan baku, karbon dan polimer sebagai lilin

yang berfungsi agar *toner* dapat menempel pada kertas. Perbandingan persentasi komposisi ketiga bahan baku tersebut adalah 45% mineral besi, 50% polimer dan 5% karbon. Pada proses ini *magnetite* ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), polimer dan karbon dicampur menjadi satu menggunakan stirer pada suhu  $80 \text{ }^\circ\text{C}$  dengan kecepatan 200 rpm selama 60 menit.

Setelah proses polimerisasi selesai, *toner* didinginkan pada suhu ruang. Untuk menghilangkan *inorganic suspending agent* pada partikel *toner* maka dilakukan pencucian dengan menggunakan *deionisasi water* sampai dihasilkan *supernatant* yang transparan. Kemudian dilakukan penyaringan dan pengeringan selama 1 hari agar mendapatkan polimerisasi *toner* yang sempurna. Setelah kering, dilakukan penggerusan pada *toner* dengan menggunakan mortar agar berbentuk serbuk dengan variasi waktu selama 30 menit, 60 menit dan 90 menit. Penggerusan dilakukan untuk memecah sifat agglomerasi dari *toner* yang dihasilkan.

*Toner* yang telah disintesis kemudian dikarakterisasi dengan beberapa uji karakteristik diantaranya adalah XRD (*X-Ray Diffraction*) digunakan untuk menganalisis fase *toner*, SEM-EDS (*Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive Spectrometry*) digunakan untuk menentukan distribusi ukuran bulir dan mengetahui struktur *toner*, MS2 (*Bartington Magnetic Susceptibility Meter*) digunakan untuk menganalisis atau mengukur nilai suseptibilitas magnetik dari *toner*, dielektrisitas dan resistivity digunakan untuk mengetahui sifat kelistrikan dari *toner*.

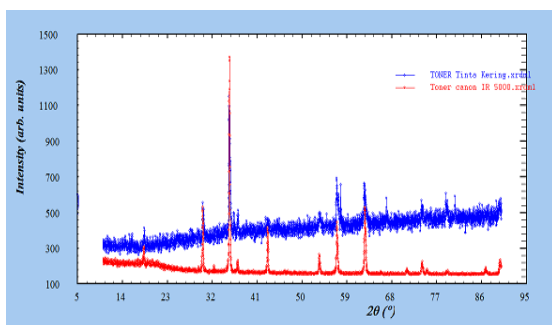
## 3. Hasil dan Pembahasan

Uji karakterisasi XRD menghasilkan pola difraksi pada *toner* sintetik. Dari pola difraksi tersebut dapat mengidentifikasikan fasa yang terbentuk dengan memplotkan hasil pola difraksi

antara *toner* sintetik dengan *toner* pasaran. Terlihat bahwa *toner* sintetik ini masih berfasa amorf, sebab *toner* tersebut mengandung bahan polimer yakni *polysterene*.

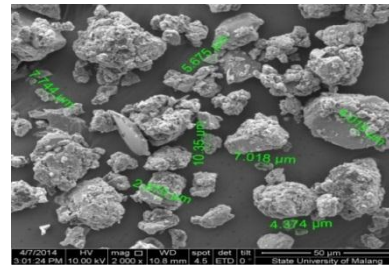
Pada umumnya polimer memiliki struktur fasa *amorf* menyerupai pola hampir sama dengan kristal, akan tetapi pola susunan atom-atom, ion-ion atau molekul-molekul yang dimiliki tidak teratur dengan jangka yang pendek. Fasa amorf terbentuk karena proses pendinginan yang terlalu cepat sehingga atom-atom tidak dapat dengan tepat menempati lokasi kisinya [15].

Dengan menggunakan *software* Fullprof diperoleh besar nilai keamorfan *toner* sintetik adalah 40% dan nilai kristalinitasnya 60%. Sementara itu dengan menggunakan *software* PCW dilakukan pencocokkan pola difraksi *toner* penelitian dengan model standar  $Fe_3O_4$ , untuk mengetahui struktur dan parameter kisi. Karena *toner* hasil sintetik berbahan utama  $Fe_3O_4$  yang memiliki struktur kubik maka dari hasil analisis struktur kristal diperoleh parameter kisi  $a = b = c = 8,3779 \text{ \AA}$  dan  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ .



Gambar 1. Hasil Uji XRD

Berdasarkan hasil uji SEM-EDAX (*Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive Analysis X-Ray*)



Gambar 2. Hasil SEM dengan perbesaran 2000x

Dari data diatas tampak bahwa ukuran bulir antara 2-10  $\mu m$ . Dari data terlihat ukuran bulir memiliki harga di bawah 10  $\mu m$  namun tidak kurang dari 2  $\mu m$ . Sedangkan dari perhitungan rata-rata ukuran bulir toner diperoleh sebesar 6,007  $\mu m$ .

Uji XRF tidak dapat mendeteksi unsur-unsur ringan seperti C dan O maka dilakukan uji EDAX. Penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa komposisi unsur didominasi oleh unsur Fe dan C, sedangkan *toner* hasil sintesis juga memiliki unsur tersebut yang cukup dominan [1].

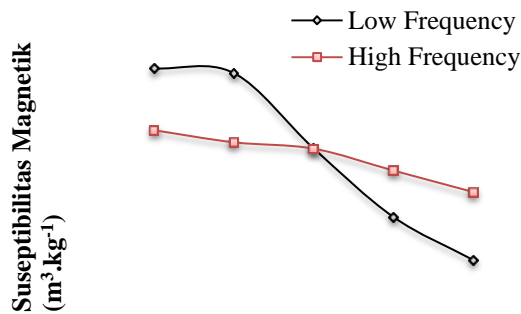
Tabel 1. Hasil EDAX pada toner sintetik

Element	Wt%	At%
CK	10.67	20.25
OK	37.74	53.75
MgK	01.42	01.33
AlK	03.08	02.60
SiK	03.17	02.57
SK	04.51	03.20
TiK	03.19	01.52
FeK	36.21	14.77
Matrix	Correction	ZAF

### Uji Suseptibilitas Magnetik $Fe_3O_4$ sebagai Bahan baku Toner

Dari data pengukuran diperoleh bahwa semakin lama penggerusan yang dilakukan pada  $Fe_3O_4$  maka semakin kecil ukuran bulir yang dihasilkan sehingga membuat nilai suseptibilitas magnetiknya menurun karena ukuran bulir mineral magnetik berpengaruh terhadap sifat

magnetiknya. Hal ini disebabkan pengecilan bulir mempengaruhi perubahan domain dan letak serta arah spin magnet pada bahan. Selain itu jenis domain magnetik yang dimiliki oleh bulir mineral magnetik juga mempengaruhi sifat magnet bahan [2].



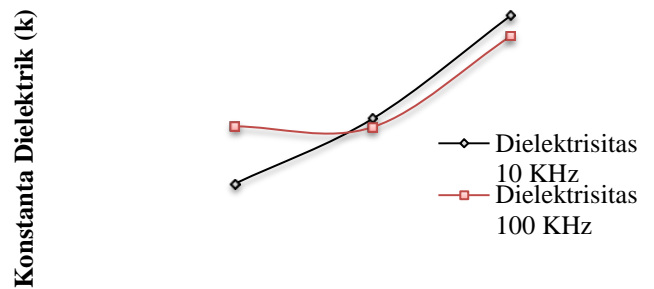
Lama Penggerusan (menit)

Gambar 3. Pengaruh Lama Penggerusan pada Suseptibilitas Magnetik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

### Pengaruh Lama Penggerusan Toner pada Konstanta Dielektrik

Pengukuran konstanta dielektrik menggunakan LCR meter seri menghasilkan data berupa kapasitansi bahan dengan frekuensi pengukuran sebesar 10 kHz dan 100 kHz dengan luas plat sejajar 0,0113 m<sup>2</sup>.

Bertambahnya nilai konstanta dielektrik dari lamanya penggerusan 30 menit, 60 menit sampai 90 menit disebabkan oleh berkurangnya rongga pada toner sintetik. Kekosongan tersebut menghasilkan batas bulir yang tidak seragam yang mengakibatkan elektron mengalami polarisasi, terjadinya mekanisme polarisasi dalam bidang dielektrik akan berdampak bertambah besarnya muatan listrik yang tersimpan dalam kapasitor

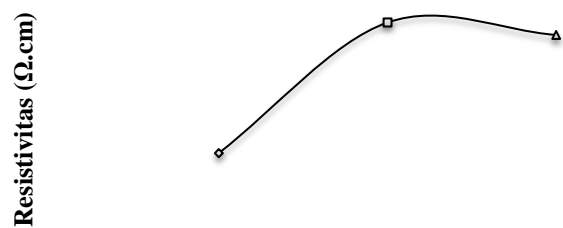


Lama Penggerusan (menit)

Gambar 4. Pengaruh Lama Penggerusan pada Dielektrisitas Toner Sintetik

### Pengaruh Lama Penggerusan Toner pada Resistivitas

Hasil perhitungan nilai resistivitas pada lama penggerusan 30 menit dan 60 menit mengalami peningkatan disebabkan semakin lama penggerusan semakin kecil ukuran bulir sehingga semakin banyak batas bulir yang dimiliki. Banyaknya batas bulir mengurangi jalan bebas rata-rata pembawa muatan sehingga akan memiliki resistivitas yang besar. Sedangkan pada menit ke-90 terjadi penurunan, hal ini disebabkan faktor penggerusan yang menggunakan proses manual sehingga tidak mampu mengontrol kecepatan maupun keseragaman ukuran bulir yang dihasilkan.



Lama Penggerusan (menit)

Gambar 5. Pengaruh Lama Penggerusan pada Resistivitas Toner Sintetik

## 4. Kesimpulan

Hasil uji XRD toner sintetik memperlihatkan kandungan mineral yang

sama dengan toner pasaran, namun struktur kristal toner masih memperlihatkan fasa amorf karena kehadiran polimer polisterene dengan nilai parameter kisi  $a = b = c = 8,3779 \text{ \AA}$  dan  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ . Dari hasil uji SEM-EDS diperoleh distribusi ukuran bulir toner sintetik dengan rata-rata  $6 \mu\text{m}$ .

Semakin lama waktu penggerusan, diperoleh ukuran bulir semakin kecil dan nilai konstanta dielektrik semakin bertambah besar yaitu 7,45 Hz sampai 21,63 Hz. Sementara itu nilai resistivitasnya juga semakin meningkat dengan bertambahnya lama waktu penggerusan dengan rentang nilai 18505  $\Omega\cdot\text{cm}$  hingga 34137  $\Omega\cdot\text{cm}$ . Disisi lain semakin kecil ukuran bulir memperlihatkan penurunan nilai suseptibilitas magnetik toner tersebut.

### Ucapan Terima Kasih

Penelitian ini mendapat dana dari hibah Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi (PUPT) tahun 2014-2016 yang bersumber dari DP2M DIKTI. Kami mengucapkan terimakasih atas dana yang diberikan untuk mensupport penelitian ini, semoga menjadi cikal bakal bagi kemandirian industri dalam negeri.

### DAFTAR RUJUKAN

- [1] Irvan, M. 2005. *Karakterisasi Tinta Kering (Toner) dengan Metode Magnetik dan Scanning Electro Microscopy (SEM)*. Skripsi: ITB
- [2] Lestyowati, T. 2013. *Pengaruh Rasio  $\text{Fe}_3\text{O}_4 : \text{Fe}_2\text{O}_3$ , Rasio  $\text{Fe} : \text{C}$  Dan Ukuran Bulir Mineral Magnetik Pada Suseptibilitas Magnetik Toner*. Skripsi: Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam, Universitas Negeri Malang.
- [3] Kurniawan, H.C., 2012. *Studi Komposisi, Bentuk Bulir dan Suseptibilitas Magnetik Abu Berat (Bottom Ash) Sisa Pembakaran Batu Bara*, library.um.ac.id.
- [4] Zulaikah, S., 2012. *Uji Stabilitas Magnetik Minarel Magnetik pada Bottom Ash Paiton*, Jurnal Foton Vol. 16 No 2, Agustus, 2012.
- [5] Santoso, N.A., 2013. *Studi Komposisi, Morfologi Bulir dan Suseptibilitas Mineral Magnetik Abu Ringan (Fly Ash) Sisa Pembakaran Batu Bara pada PLTU PT IPMOMI PAITON dan Pasaran*, library.um.ac.id
- [6] Trisdamayanti, I.Y., 2012. *Karakterisasi Mineral Magnetik Pasir Besi di Daerah Pasirian Kabupaten Lumajang untuk Pembuatan Bahan Baku Toner*, library.um.ac.id.
- [7] Arisanti, T.D. 2012. *Pengaruh Ukuran Bulir Mineral Magnetik terhadap Suseptibilitas Magnetik Pasir Besi dari Pantai Senggigi, Lombok Barat, NTB*. Library.um.ac.id.
- [8] Ilmi, F. 2013. *Sintesis Tinta Kering (Toner) Menggunakan Bahan Baku Abu Ringan (Fly ash) Sisa Pembakaran Batu Bara*. Skripsi, Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam, Universitas Negeri Malang.
- [9] Wardani, P.Y. 2013. *Sintesis dan Karakteristik Tinta Serbuk (TONER) berbahan baku Pasir Besi menggunakan XRD dan SEM\_EDAX*. Skripsi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Malang.

- [10] Zulaikah, S., Mufti, N., Fuad, A., and Dwi, L.D., 2013. *Effect of Mechanical Milling on Particle size, Magnetic Susceptibility and Dielectric of Toner Synthetic Colorant Magnetite Extracted from Indonesian Iron Sand*, Submitted to AIP.
- [11] Shenoy, S. D., P. A. Joy, M. R. Anantharaman. 2004. *Effect of Mechanical Milling on the Structural, Magnetic and Dielectric Properties of Coprecipitated Ultrafine Zinc Ferrite*. Journal of Magnetism Materials 269 217-226.
- [12] Hays, D.A. 1991. *The evolution of color xerographic development systems*. *Journal Imaging Technology.*, 17 (6), 252 258.
- [13] Banerjee, S. & Wimpenny, D. I.. 2006. *Laser Printing of Polymeric Materials*. Jurnal : Rapid Prototyping & Manufacturing Group Faculty of Computing Sciences & Engineering, DeMontfort University, Leicester,UK.
- [14] Gal, et al. 2009. *Methods of Producing Ink Toners*. European Patent, International ApplicationNumber:PCT/US2006/028758.
- [15] Citra, A.P. 2008. *Studi Polimerisasi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Indonesia