

**STUDI SINTESIS NANOPARTIKEL NIKEL DARI LARUTAN
PRESIPITASI BESI, KOBALT, NIKEL DENGAN METODE
SOL-GEL**

SKRIPSI

Dibuat untuk memenuhi syarat mendapatkan gelar Sarjana Teknik dari
Jurusan Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa



Oleh:

Fardiani Adillah Afif
3334190086

**JURUSAN TEKNIK METALURGI FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS SULTAN AGENG TIRTAYASA
CILEGON-BANTEN**

2023

LEMBAR PENGESAHAN

**STUDI SINTESIS NANOPARTIKEL NIKEL DARI LARUTAN
PRESIPITASI BESI, KOBALT, NIKEL DENGAN METODE
SOL-GEL**

SKRIPSI

Dibuat untuk memenuhi syarat mendapatkan gelar Sarjana Teknik dari Jurusan
Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa

Disetujui untuk Jurusan Teknik Metalurgi oleh:

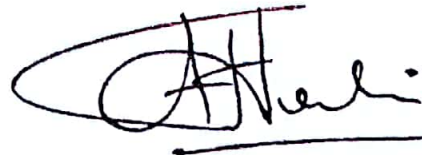
Pembimbing I



Ir. Soesaptri Oediyani, M.E.

NIP. 196006232003122001

Pembimbing II



Ulin Herlina, M.T.

NIP. 198102112005022002

LEMBAR PERSETUJUAN

**STUDI SINTESIS NANOPARTIKEL NIKEL DARI LARUTAN
PRESIPITASI BESI, KOBALT, NIKEL DENGAN METODE
SOL-GEL**

SKRIPSI

Disusun dan diajukan oleh:

Fardiani Adillah Afif

3334190086

Telah disidangkan di depan dewan penguji pada tanggal

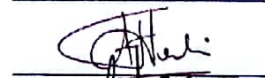
Susunan Dewan Penguji

Penguji I : Ir. Soesaptri Oediyani, M.E.

Penguji II : Ulin Herlina, M.T.

Penguji III : Fajri Ikhsan, S.Si., M.Si.

Tanda Tangan



Skripsi ini telah diterima sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar
Sarjana Teknik

Mengetahui

Ketua Jurusan Teknik Metalurgi



Adhitva Trenggono, S.T., M.Sc.

NIP. 197804102003121001

LEMBAR PERNYATAAN

Dengan ini saya sebagai penulis Skripsi berikut:

Judul : Studi Sintesis Nanopartikel Nikel dari Larutan
Presipitasi Besi, Kobalt, Nikel dengan Metode
Sol-Gel
Nama Mahasiswa : Fardiani Adillah Afif
NIM : 3334190086
Fakultas : Teknik

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa Skripsi tersebut di atas adalah benar-benar hasil karya asli saya dan tidak memuat hasil karya orang lain, kecuali dinyatakan melalui rujukan yang benar dan dapat dipertanggungjawabkan. Apabila dikemudian hari ditemukan hal-hal yang menunjukkan bahwa sebagian atau seluruh karya ini bukan karya saya, maka saya bersedia dituntut melalui hukum yang berlaku. Saya juga bersedia menanggung segala akibat hukum yang timbul dari pernyataan yang secara sadar dan sengaja saya nyatakan melalui lembar ini.

Cilegon, 30 Juni 2023



Fardiani Adillah Afif
NIM. 3334190086

ABSTRAK

Nanoteknologi merupakan salah satu bidang utama penyangga kemajuan teknologi di Era Revolusi Industri 4.0. Sintesis merupakan salah satu pengaplikasian yang penting dari bidang nanoteknologi. Nikel oksida (NiO) nanopartikel telah mendapatkan banyak perhatian lebih dalam bidang nanoteknologi dikarenakan memiliki sifat kimia, magnetik, dan fisik yang unik. Pembuatan nanopartikel nikel dengan cara sintesis diperlukan agar dapat menghasilkan produk nanopartikel nikel dengan kemurnian yang tinggi dan ukuran partikel yang kecil. Pada penelitian ini, untuk mengolah NiO nanopartikel, dilakukan proses sintesis dengan menggunakan metode sol-gel, sebab mudah dilakukan, hemat biaya, menghasilkan produk dengan kemurnian tinggi, dan memiliki kontrol yang baik terhadap komposisi kimia produk pada suhu rendah, serta tidak memerlukan energi yang tinggi. Dalam upaya peningkatan kemurnian nikel dan mendapatkan ukuran partikel nikel yang kecil, dilakukan variasi kondisi sintesis, yaitu asam, basa, dan netral untuk mengetahui parameter optimum proses optimasi I sintesis. Kemudian, pada proses sintesis optimasi II dilakukan sintesis dengan variasi waktu stirring, yaitu 24, 48, dan 72 jam yang berfungsi untuk mengetahui waktu stirring yang optimum. Selanjutnya, pada proses sintesis optimasi III dilakukan dengan variasi penambahan perlakuan ultrasonik dan tanpa perlakuan ultrasonik yang bertujuan untuk mengetahui parameter optimum perlakuan ultrasonik. Pada penelitian dilakukan sintesis dengan prekursor yang digunakan, yaitu larutan hasil presipitasi Fe, Co, Ni yang ditambahkan dengan surfaktan, yaitu polyethylene glycol dan triton, serta penambahan etanol. Kemudian, hasil terbaik yang didapatkan dari penelitian ini berdasarkan, kondisi sintesis, waktu stirring, dan perlakuan ultrasonik, yaitu sintesis kondisi basa, dengan waktu stirring 48 jam dengan penambahan perlakuan ultrasonik. Ukuran partikel yang dihasilkan berkisar 31-40 nm dan kemurnian nikel sebesar 5,25%.

Kata Kunci: Nanoteknologi, sintesis, NiO nanopartikel, sol-gel, polyethylene glycol, dan triton

ABSTRACT

Nanotechnology is one of the main areas supporting technological progress in the Industrial Revolution 4.0 Era. Synthesis is one of the most important applications in the field of nanotechnology. Nickel oxide (NiO) nanoparticles have received increasing attention in the field of nanotechnology due to their unique chemical, magnetic and physical properties. Manufacture of nickel nanoparticles by synthesis method is necessary in order to produce nickel nanoparticles with high purity and small particle size. This study aims to produce nickel nanoparticles by using the sol-gel method to synthesize them. The sol-gel method was chosen because it is easy to perform, cost-effective, produces products with high purity,

and has good control over the chemical composition of the product at low temperatures, and does not require high energy in the process. The synthesis process in this study was carried out by 3 optimizations, namely in the optimization process I was carried out with a variety of synthesis conditions, namely acid, base and neutral which aims to determine the best synthesis conditions. Then, in the optimization synthesis process II, the stirring time was varied, namely 24, 48, and 72 hours to determine the optimum stirring time. Furthermore, in the optimization synthesis process III carried out with variations in the addition of ultrasonic treatment and without ultrasonic treatment which aims to determine the optimum parameters of ultrasonic treatment. The precursors used in this study were solutions of Fe, Co, Ni precipitation added with surfactants, namely polyethylene glycol and triton, as well as the addition of ethanol. Then, the best results were obtained from this study based on the synthesis conditions, stirring time, and ultrasonic treatment, namely synthesis under alkaline conditions, with a stirring time of 48 hours with the addition of ultrasonic treatment. The resulting particle sizes range from 31-40 nm and nickel purity of 5.25%.

Keywords— *Nanotechnology, Synthesis, Nanoparticles, Sol-Gel, Polyethylene Glycol, and Triton.*

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT, atas segala curahan rahmat serta karunia-Nya, sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi yang berjudul “Studi Sintesis Nanopartikel Nikel dari Larutan Presipitasi Besi, Kobalt, Nikel dengan Metode Sol-Gel” dengan baik. Skripsi ini ditulis dalam rangka memenuhi syarat untuk mencapai gelar Sarjana Teknik Metalurgi di Universitas Sultan Ageng Tirtayasa. Dalam penyelesaian studi dan penulisan skripsi ini, penulis menyadari bahwa naskah skripsi ini tidak lepas dari kerjasama dan bantuan dari berbagai pihak. Dengan penuh rasa hormat, penulis mengucapkan terima kasih yang tak terhingga kepada:

1. Bapak Adhitya Trenggono, S.T., M.Sc., selaku Ketua Jurusan dan Koordinator Skripsi Teknik Metalurgi Universitas Sultan Ageng Tirtayasa.
2. Ibu Ir. Soesaptri Oediyani, M.E. dan Ibu Ulin Herlina, M.T. selaku pembimbing I dan II skripsi, serta Bapak Fathan Bahfie, S.T. M.Si. selaku pembimbing lapangan yang telah banyak memberikan bimbingan serta motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
3. Kedua orang tua, kakak dan adik yang telah menjadi *support system* terbaik.
4. Teman-teman Teknik Metalurgi, dan pihak lainnya yang tidak dapat disebutkan satu per satu atas doa dan dukungannya.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penyusunan skripsi ini, sehingga penulis terbuka untuk saran, koreksi, dan tanggapan untuk perbaikan penelitian ini. Penulis berharap agar skripsi ini bermanfaat khususnya bagi penulis dan bagi pembaca pada umumnya.

Cilegon, 30 Juni 2023

Fardiani Adillah Afif

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
LEMBAR PERSETUJUAN	iii
LEMBAR PERNYATAAN	iv
ABSTRAK	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR	x
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Identifikasi Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Batasan Masalah.....	6
1.5 Sistematika Penulisan.....	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Nikel Laterit Konawe	9
2.2 Proses Pelindian Bijih Nikel.....	11
2.3 Proses Presipitasi Fe dan Ni	14
2.4 Metode Sintesis Nanopartikel	19
2.5 Metode Sol-Gel	23
2.6 <i>Polyethylene Glycol</i> (PEG).....	27
2.7 Triton X-100	28
2.8 <i>Monosodium Glutamate</i> (MSG).....	29
2.9 Pengaruh pH dan Waktu Pada Metode Sol-Gel	30
2.10 Pengaruh Sonikasi Terhadap Sol-Gel Hasil Sintesis	32
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Diagram Alir Penelitian.....	35
3.2 Alat dan Bahan	35
3.2.1 Alat yang digunakan.....	37
3.2.2 Bahan yang digunakan	38
3.3 Prosedur Penelitian	38
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	

4.1	Preparasi dan Karakterisasi Sampel Nikel Laterit.....	46
4.2	Pengaruh Variasi Kondisi Sintesis (Asam, Basa, dan Netral) Terhadap Kadar dan Ukuran Partikel Nanopartikel Nikel	48
4.3	Pengaruh Waktu <i>Stirring</i> Sintesis Terhadap Kadar dan Ukuran Partikel Nanopartikel Nikel	54
4.4	Pengaruh Perlakuan Ultrasonik Setelah Sintesis Terhadap Kadar dan Ukuran Partikel Nanopartikel Nikel	60
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN		
5.1	Kesimpulan.....	67
5.2	Saran	68
DAFTAR PUSTAKA		69
LAMPIRAN		
LAMPIRAN A. Contoh Perhitungan.....		77
LAMPIRAN B. Data Penelitian.....		81
LAMPIRAN C. Gambar Alat dan Bahan		87

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
Tabel 2.1 Data ICP-OES Laporan Akhir Disertasi Sampel Larutan Hasil Presipitasi Fe, Co, Ni	19
Tabel 3.1 Alat-Alat Pengujian yang Digunakan Dalam Penelitian.....	37
Tabel 3.2 Alat-Alat yang Digunakan Dalam Penelitian	37
Tabel 3.3 Bahan-Bahan yang Digunakan Dalam Penelitian.....	38
Tabel 4.1 Data Pengujian <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA) Sintesis Basa	53
Tabel 4.2 Data Pengujian <i>Particle Size Analyzer</i> Sintesis Basa 24, 48, 72 Jam ..	58
Tabel 4.3 Data Pengujian <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA) Sintesis Basa 48 Jam Dengan Ultrasonik dan Tanpa Ultrasonik	64
Tabel B.1 Data PSA Sintesis Basa 24 Jam	83
Tabel B.2 Data PSA Sintesis Basa 48 Jam (Ultrasonik).....	84
Tabel B.3 Data PSA Sintesis Basa 72 Jam	84
Tabel B.4 Data PSA Sintesis Basa 48 (Tanpa Ultrasonik)	84

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
Gambar 2.1 Profil Endapan Laterit	10
Gambar 2.2 Tahapan Pengolahan Nikel Laterit	11
Gambar 2.3 Pengaruh pH Terhadap Proses Presipitasi Ni	17
Gambar 2.4 Grafik Pengaruh Konsentrasi NaOH 10%, 20%, 30% dan 40% Terhadap Presipitasi Fe.....	18
Gambar 2.5 Diagram Klasifikasi Metode Sintesis Nanopartikel	20
Gambar 2.6 Pola XRD Nanopartikel Ni Variasi pH	22
Gambar 2.7 Tahapan Preparasi dengan Metode Sol-Gel.....	23
Gambar 2.8 Grafik Diagram Suhu Sintesis Terhadap Diameter Kristal Nanopartikel yang Terbentuk.....	27
Gambar 2.9 Struktur <i>Polyethylene Glycol</i> (PEG)	28
Gambar 2.10 <i>Monosodium Glutamate</i> (MSG)	30
Gambar 2.11 Grafik Hasil XRD Nanopartikel NiO	31
Gambar 2.12 Hasil SEM NiO Nanopartikel (a) Nikel Nitrat Natrium Hidroksida, (b) Nikel Nitrat Asam Sitrat, (c) Nikel Klorida Sodium Hidroksida.....	32
Gambar 3.1 Diagram Alir Sintesis Nanopartikel Nikel Metode Sol-Gel	36
Gambar 3.2 Kalsin Terbaik Nikel Laterit dari Hasil Reduksi Selektif	38
Gambar 3.3 Pelindian dengan Reagen <i>Monosodium Glutamate</i> (MSG)	39
Gambar 3.4 Proses Filtrasi Larutan Hasil Pelindian	39
Gambar 3.5 Hasil Presipitasi Fe Menggunakan H ₂ SO ₄	40
Gambar 3.6 Hasil Presipitasi Ni Menggunakan NaOH	41

Gambar 3.7 Sintesis Nanopartikel Nikel Menggunakan Metode Sol-Gel Kondisi a.) Asam, b.) Basa, c.) Netral	42
Gambar 3.8 Alat Karakterisasi SEM-EDS	43
Gambar 3.9 Alat Pengujian PSA Pada Sampel	44
Gambar 4.1 Sampel Nikel Laterit Setelah Preparasi Awal	47
Gambar 4.2 Hasil SEM Nanopartikel Nikel Sintesis Basa 24 Jam	50
Gambar 4.3 EDS dari Nanopartikel Nikel Sintesis Kondisi Basa 24 Jam	51
Gambar 4.4 Hasil Data EDS a) Morfologi Nanopartikel Ni, b) Persebaran Ni, dan c) Persebaran O	52
Gambar 4.5 Grafik PSA dari Nanopartikel Nikel Sintesis Kondisi Basa 24 Jam	53
Gambar 4.6 Hasil SEM Nanopartikel Nikel Sintesis Kondisi Optimal a.) 24 Jam, b.) 48 Jam, dan b.) 72 Jam	55
Gambar 4.7 Endapan Ni yang Mengendap Pada Dasar Wadah Saat Proses Sintesis 72 Jam Berlangsung	56
Gambar 4.8 EDS Nanopartikel Nikel Sintesis Kondisi Basa a.) 24 Jam, b.) 48 Jam, c.) 72 Jam	57
Gambar 4.9 Grafik PSA dari Nanopartikel Nikel Sintesis Kondisi Basa a.) 24 Jam, b.) 48 Jam, c.) 72 Jam	59
Gambar 4.10 Hasil SEM yang Menunjukkan Morfologi dan Ukuran Partikel Nanopartikel Ni Sintesis Kondisi Basa 48 Jam a.) Dengan Ultrasonik, b.) Tanpa Ultrasonik	61
Gambar 4.11 EDS dari Nanopartikel Nikel Sintesis Kondisi Basa 48 Jam a.) Dengan Ultrasonik, b.) Tanpa Ultrasonik	62
Gambar 4.12 Grafik PSA dari Nanopartikel Nikel Sintesis Kondisi Basa 48 Jam a.) Dengan Ultrasonik, b.) Tanpa Ultrasonik	65
Gambar B.1 Hasil SEM Sintesis Kondisi Basa Selama 24 Jam	81
Gambar B.2 Hasil SEM Sintesis Kondisi Basa Selama 48 Jam (Ultrasonik)	81
Gambar B.3 Hasil SEM Sintesis Kondisi Basa Selama 72 Jam	81

Gambar B.4 Hasil SEM Sintesis Kondisi Basa Selama 48 Jam (Tanpa Ultrasonik)	82
Gambar B.5 Hasil EDS Sintesis Kondisi Basa Selama 24 Jam	82
Gambar B.6 Hasil EDS Sintesis Kondisi Basa Selama 48 Jam (Ultrasonik).....	82
Gambar B.7 Hasil EDS Sintesis Kondisi Basa Selama 72 Jam	83
Gambar B.8 Hasil EDS Sintesis Kondisi Basa Selama 48 Jam (Tanpa Ultrasonik)	83
Gambar B.9 Grafik PSA Sintesis Kondisi Basa Selama 24 Jam	84
Gambar B.10 Grafik PSA Sintesis Kondisi Basa Selama 48 Jam (Ultrasonik)	85
Gambar B.11 Grafik PSA Sintesis Kondisi Basa Selama 72 Jam	85
Gambar B.12 Grafik PSA Sintesis Kondisi Basa Selama 48 Jam (Tanpa Ultrasonik).....	85
Gambar C.1 Batang Pengaduk	87
Gambar C.2 <i>Beaker</i> 50 ml dan 250 ml	87
Gambar C.3 Botol <i>Centrifuge</i>	88
Gambar C.4 <i>Bulb</i>	88
Gambar C.5 Corong	89
Gambar C.6 Mesin <i>Centrifuge</i>	89
Gambar C.7 <i>Erlenmeyer</i> 250 ml	90
Gambar C.8 Gelas Ukur 100 ml	90
Gambar C.9 <i>Hotplate</i>	91
Gambar C.10 Kertas pH meter	91
Gambar C.11 Kertas Saring	92
Gambar C.12 Labu Ukur	92
Gambar C.13 <i>Magnetic Stirrer</i>	93

Gambar C.14 Mesin SEM-EDS	93
Gambar C.15 Mesin PSA	94
Gambar C.16 Neraca Digital	94
Gambar C.17 <i>Oven</i>	95
Gambar C.18 Plastik <i>Wrap</i>	95
Gambar C.19 Plastik Sampel	96
Gambar C.20 Pipet Tetes	96
Gambar C.21 Pipet Ukur	97
Gambar C.22 Sarung Tangan <i>Latex</i>	97
Gambar C.23 Sarung Tangan <i>Oven</i>	98
Gambar C.24 <i>Aquadest</i>	98
Gambar C.25 Asam Sitrat Monohidrat	99
Gambar C.26 Asam Sulfat	99
Gambar C.27 <i>Etanol</i>	100
Gambar C.28 Hidrogen Peroksida	100
Gambar C.29 <i>Monosodium Glutamate</i>	101
Gambar C.30 Natrium Hidroksida	101
Gambar C.31 Nikel Laterit Kalsin Terbaik	102
Gambar C.32 <i>Polyethylene Glycol</i>	102
Gambar C.33 Triton X-100	103

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nanoteknologi merupakan salah satu bidang utama penyangga kemajuan teknologi di Era Revolusi Industri 4.0. Meskipun nanoteknologi masih tergolong bidang baru di Indonesia, akan tetapi nanoteknologi ini mulai berkembang ke arah yang positif, karena pengembangannya memberikan kontribusi yang sangat besar seperti dalam bidang energi, lingkungan, medis, sensor, dan elektronik, sehingga potensinya cukup menjanjikan dan area risetnya pun cukup luas (Fidiani, E., 2021). Nanoteknologi adalah suatu proses rekayasa bahan atau proses manipulasi suatu obyek yang sudah ada, berawal dari yang tidak memiliki nilai atau manfaat, menjadi obyek baru berukuran nano yang sangat bernilai dan memiliki harga jual tinggi dengan karakter khusus sesuai dengan kebutuhan (Jumini, Sri, 2017).

Sintesis merupakan salah satu pengaplikasian yang penting dari bidang nanoteknologi. Proses sintesis nanoteknologi melibatkan pembuatan material pada skala nanometer dari bahan-bahan kimia, fisika, dan makhluk hidup. Teknik sintesis nanoteknologi yang umum dibagi menjadi dua, yaitu *top-down* dan *bottom-up*, yang terdiri dari: sintesis kimia, fisika, dan biologi (Harish, V., 2022). Sintesis kimia adalah pembentukan material pada skala nanometer melalui proses kimia, yaitu dengan mereaksikan molekul atau senyawa kimia. Beberapa metode sintesis kimia, antara lain: *Chemical Vapor Deposition* (CVD), sol-gel, dan hidrotermal (Trisnayanti, N. P., 2020).

Sintesis fisika adalah pembentukan material pada skala nanometer melalui proses fisika seperti deposisi atau pengurangan ukuran. Beberapa metode sintesis fisika, antara lain: *nanolithografi*, *sputtering*, dan penggilingan mekanis (Trisnayanti, N. P., 2020). Sedangkan, sintesis biologi atau biosintesis adalah pembentukan material skala nanometer dengan melibatkan makhluk hidup seperti bakteri, jamur, alga, dan tumbuhan untuk menghasilkan produk akhir yang bermanfaat seperti obat-obatan, bahan bakar, dan material nanoteknologi (Sheldon, R. A., dan John, M. W., 2017).

Akhir-akhir ini, nikel oksida (NiO) nanopartikel telah mendapatkan banyak perhatian lebih karena memiliki sifat kimia, magnetik, dan fisik yang unik sehingga dapat diaplikasikan di berbagai bidang nanoteknologi seperti tinta untuk pencetakan nanotube, sensor, elektroda, baterai, katalis, dan semikonduktor. NiO nanopartikel memiliki sifat optik yang berbeda dibandingkan dengan NiO makro atau mikro. Warna NiO nanopartikel cenderung lebih cerah dan transparan karena adanya efek kuantum (Hong, S., *et al*, 2021). Nikel oksida nanopartikel memiliki potensi yang besar sebagai katalis dalam reaksi, kemudian aditif propelan dan sintering dalam plastik, pelapis, serta serat. Nikel mudah didapatkan pada kerak bumi, maka Ni ini lebih hemat biaya daripada kebanyakan logam yang digunakan sebagai katalis. Selain itu, Ni memiliki konduktivitas listrik yang baik (Hill, K. *et al*, 2019) dan bermanfaat sebagai nanofluida dalam kemurnian yang sangat tinggi, dapat dipasifkan, dilapisi, serta didistribusikan (Deen, J. *et al*, 2020).

Penelitian ini menggunakan metode sol-gel untuk mengolah NiO nanopartikel, sebab mudah dilakukan dan menghasilkan produk dengan

kemurnian dan kekuatan yang lebih tinggi dibandingkan metode kimia lain, yaitu *chemical vapour deposition* (CVD) dan hidrotermal. Metode sol-gel ini merupakan metode sintesis kimia (*wet chemical method*) dalam struktur nano yang dilakukan dengan cara prekursor alkoksida logam dilarutkan dalam air atau alkohol dan diubah menjadi gel dengan pemanasan dan pengadukan, selanjutnya gel tersebut dikeringkan menggunakan *oven*. Metode sol-gel ini juga dipilih dikarenakan hemat biaya dan memiliki kontrol yang baik terhadap komposisi kimia produk pada suhu rendah, serta tidak memerlukan energi yang tinggi (Elma, M., 2018).

Pada penelitian ini digunakan sampel NiO yang berasal dari Sulawesi Tenggara, Kabupaten Konawe yang telah di ekstraksi dengan metode modifikasi proses caron berupa larutan hasil presipitasi Fe, Co, Ni. Pada penelitian ini akan dibahas proses sintesis nanopartikel nikel oksida (NiO) dari larutan hasil presipitasi Fe, Co, Ni dengan menggunakan metode sol-gel kemudian mengamati pengaruh variasi kondisi (asam, basa, dan netral), waktu dan pengaruh sonikasi pada proses sintesis tersebut.

Variasi dari tiga kondisi, yaitu: asam, basa, dan netral memiliki pengaruh pada ukuran, stabilitas, dan sifat material yang dihasilkan. Pada kondisi asam, berpengaruh pada kecepatan reaksi dan stabilitas koloid. pH yang rendah (asam) dapat mempercepat reaksi dan membantu pembentukan partikel yang lebih kecil, namun dapat menyebabkan destabilisasi koloid dan aglomerasi partikel. Sebaliknya, pH yang tinggi (basa) dapat membuat partikel lebih besar dan memperbaiki stabilitas koloid, tetapi proses sintesis dapat menjadi lebih lambat.

Pada kondisi netral, berpengaruh pada stabilitas dan ukuran partikel. pH netral dapat membentuk partikel yang lebih kecil dan lebih stabil, tetapi reaksi dapat memakan waktu lebih lama (Veselov, G. B. *et al.*, 2022). Akan tetapi, sifat dari sampel juga dipertimbangkan, apabila sampel awal bersifat asam atau basa, hal tersebut berpengaruh juga pada pemilihan kondisi yang optimal dalam sintesis penelitian kali ini.

Variasi waktu pada saat proses *stirring* berpengaruh pada hasil sintesis. Pada umumnya, waktu *stirring* yang lebih lama dapat meningkatkan homogenitas dan kelarutan bahan dalam larutan. Selain itu, partikel-partikel bahan akan lebih baik terdispersi di dalam larutan, sehingga reaksi kimia dapat terjadi dengan lebih efektif. Hal ini dapat menghasilkan gel yang lebih padat, homogen, dan memiliki sifat fisika-kimia yang lebih baik. Namun, waktu *stirring* yang terlalu lama juga dapat menyebabkan partikel-partikel bahan mengendap pada dasar wadah, yang mengurangi efektivitas reaksi kimia dan menghasilkan gel yang tidak homogen. Selain itu, waktu *stirring* yang terlalu lama juga dapat mempercepat proses aglomerasi partikel dan menyebabkan terbentuknya partikel yang lebih besar, sehingga mengurangi luas permukaan spesifik gel (Ningrum, Y. P., 2018).

Setelah proses sintesis biasanya dilanjutkan dengan tahapan sonikasi. Proses sonikasi merupakan proses perlakuan gelombang ultrasonik dari generator listrik yang diubah menjadi getaran fisik sehingga memiliki efek kavitasi pada larutan yang menyebabkan pecahnya molekul-molekul larutan untuk mempercepat jalannya reaksi agar didapatkan ukuran nanopartikel yang sesuai. Metode sonikasi ini memiliki keunggulan, yaitu menghasilkan ukuran partikel

sangat kecil dan mencegah terjadinya *creaming* atau sedimentasi selama masa penyimpanan (Rusdiana, I. A. *et al*, 2018).

1.2 Identifikasi Masalah

Akhir-akhir ini nanoteknologi dikenal di kalangan industri, dikarenakan menjadi bidang utama penyangga kemajuan teknologi di Era Revolusi Industri 4.0. Sintesis merupakan salah satu pengaplikasian yang penting dari bidang nanoteknologi. Nanopartikel nikel oksida (NiO) telah mendapatkan banyak perhatian lebih untuk dilakukan proses sintesis, karena memiliki sifat kimia, magnetik, dan fisik yang unik sehingga dapat diaplikasikan pada berbagai bidang nanoteknologi seperti tinta untuk pencetakan *nanotube*, sensor, elektroda, baterai, katalis, dan semikonduktor. Untuk membuat nanopartikel nikel dengan hasil yang baik, maka diperlukan metode sol-gel yang dianggap merupakan metode yang paling tepat dan banyak digunakan dalam proses sintesis. Oleh karena itu, dalam penelitian ini dilakukan proses sintesis nanopartikel nikel dari larutan hasil presipitasi besi, kobalt, nikel dengan metode sol-gel kemudian melihat manakah parameter yang paling optimal berdasarkan variasi kondisi, yaitu asam, basa, dan netral, lalu dari variasi waktu, yaitu 24, 48, dan 72 jam, serta variasi sonikasi, yaitu dengan ultrasonik dan tanpa ultrasonik untuk digunakan dalam metode sol-gel ini.

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini antara lain:

1. Mengetahui pengaruh variasi kondisi (asam, basa, dan netral) pada proses sintesis nanopartikel nikel oksida menggunakan metode sol-

gel.

2. Mengetahui pengaruh variasi waktu dan sonikasi pada proses sintesis nanopartikel nikel oksida menggunakan metode sol-gel.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah penelitian ini meliputi:

1. Sampel bijih laterit (nikel oksida) berasal dari Sulawesi Tenggara, tepatnya di Kabupaten Konawe yang merupakan kalsin terbaik dari reduksi selektif. Nikel oksida yang digunakan dalam proses sintesis ini berupa larutan presipitasi besi, kobalt, nikel.
2. Penelitian dilakukan di Laboratorium Hidrometalurgi di Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – BRIN Tanjung Bintang, Lampung Selatan.
3. Penelitian dimulai dari proses pelindian basa pH 9 menggunakan *monosodium glutamate* (MSG) sebagai *agent* pelindian dengan penambahan NaOH 10 M dan hidrogen peroksida (H₂O₂) 1% sebagai oksidator dengan variabel yaitu:
 - a. Rasio *solid : liquid* (1 : 8) g/ml
 - b. Temperatur pelindian basa (NaOH) : 60°C
 - c. Waktu pelindian basa (NaOH) : 2 jam
 - d. Kecepatan pengadukan : 250 rpm
4. Proses sintesis nanopartikel nikel dilakukan menggunakan metode sol-gel, dengan NaOH sebagai agen pengendap Ni (*precipitation agent*), *polyethylene glycol* dan triton sebagai agen surfaktan, etanol sebagai

agen pembentuk (*solvent*) dan asam sitrat sebagai agen pengatur pH.

Berikut variabel yang digunakan:

- a. Perbandingan PEG : Etanol : Triton, yaitu (1 : 1 : 0,1) ml
 - b. Temperatur sintesis : 80°C
 - c. Kecepatan pengadukan : 250 rpm
 - d. Waktu ultrasonik : 3 jam
 - e. Suhu ultrasonik : 60°C
 - f. Variasi kondisi : asam, basa, dan netral (Optimasi I)
 - g. Variasi waktu *stirring* : 24, 48, 72 jam (Optimasi II)
 - h. Variasi sonikasi : penambahan perlakuan ultrasonik dan tanpa penambahan perlakuan ultrasonik (Optimasi III)
5. Karakterisasi sampel menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) dengan standar ASTM 2809-13 dilakukan untuk mengetahui struktur morfologi permukaan sampel dengan perbesaran 200.000 kali dari produk hasil sintesis nanopartikel nikel dengan menggunakan metode sol-gel. Sedangkan, karakterisasi *Particle Size Analyzer* (PSA) dengan standar CA 94538 USA dilakukan untuk mengetahui distribusi ukuran partikel NiO nanopartikel secara keseluruhan di dalam sampel.

1.5 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan proposal skripsi ini, terdiri dari lima bab. Bab I terdapat pendahuluan penelitian yang terdiri dari latar belakang sintesis nanopartikel nikel dengan metode sol-gel, identifikasi masalah, tujuan penelitian, batasan masalah, dan sistematika penulisan. Bab II terdapat tinjauan pustaka yang

merupakan penjelasan teori mulai dari yang umum hingga khusus yang berkaitan dengan proses sintesis nanopartikel nikel dengan menggunakan metode sol-gel, yaitu penjelasan nikel laterit konawe (sampel awal), proses presipitasi nikel, metode yang digunakan dalam sintesis nanopartikel, metode sol-gel, *Polyethylene Glycol* (PEG), Triton X-100, *Monosodium Glutamate* (MSG), pengaruh pH dan waktu pada metode sol-gel, dan pengaruh perlakuan ultrasonik terhadap hasil sintesis. Bab III terdapat metodologi penelitian yang terdiri dari diagram alir penelitian, alat dan bahan yang digunakan saat penelitian, serta prosedur penelitian. Bab IV terdapat hasil dan pembahasan yang disajikan dalam bentuk paragraf yang disertai dengan data tabel dan gambar sesuai hasil yang didapatkan. Pada Bab V terdapat kesimpulan dan saran dari penelitian yang telah selesai dilakukan.

BAB II

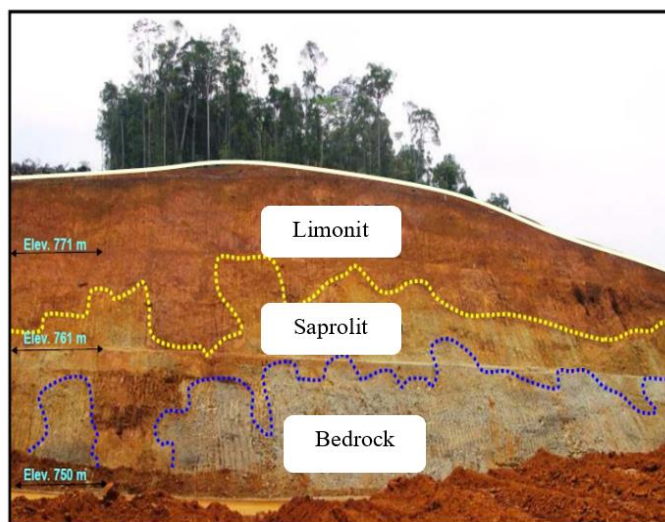
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nikel Laterit Konawe

Nikel merupakan logam transisi ke-28 dalam tabel periodik dengan sifat keras, ulet, dan berwarna putih keperakan yang terdapat di Indonesia, dimana salah satu lokasi potensialnya yaitu di Provinsi Sulawesi Tenggara. Nikel laterit yang berada di Provinsi Sulawesi Tenggara tepatnya di Kabupaten Konawe mencapai 529,9 juta ton, dengan nilai sumberdaya sebesar 460,57 juta ton. Secara umum batuan ultramafik di daerah Konawe telah mengalami pelapukan cukup kuat yang menghasilkan lapisan nikel laterit, mencapai ketebalan 1-20 meter. Karakteristik laterit pada batuan ultramafik pada lokasi penelitian memiliki ketebalan lapisan berbeda-beda, hal ini dipengaruhi oleh kondisi topografi dan morfologi. Perusahaan yang mengusahakan nikel di daerah Konawe ini yaitu perusahaan BUMN dan hampir sekitar 87 perusahaan swasta lainnya (Zaidan, M., Wahyu, G., 2021).

Nikel laterit yang berada di Kabupaten Konawe, Sulawesi Tenggara terbagi menjadi tiga zona, yaitu limonit, saprolit, dan bedrock. Zona limonit berada dibawah lapisan top soil dari profil endapan nikel laterit, bersifat lunak dan berwarna coklat kemerahan dengan kadar Ni berkisar 1,2–1,7% dan kadar Fe >25%. Pada umumnya zona ini mengandung mineral geotit. Ketebalan lapisan ini pada daerah Konawe sekitar 0-1 meter. Pada zona saprolit termasuk dalam zona pengayaan nikel, komposisinya terdiri dari oksida besi, serpentin <0,4%, kuarsa,

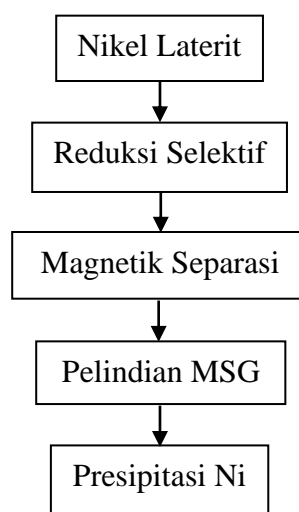
magnetit, dan sisa batuan asal. Zona ini umumnya berwarna coklat kekuningan sampai hijau kecoklatan, kekerasan sedang hingga kasar. Pada zona saprolit banyak di jumpai olivin lapuk berukuran pasir dan gravel dunit. Kadar Ni zona saprolit pada daerah Konawe berkisar 0,93-1,85%, Fe 9,365-28,75% dan ketebalan lapisan saprolit pada daerah Konawe berkisar 1–7 meter. Sedangkan untuk zona bedrock berada paling bawah dari profil laterit. Batuan induk ini merupakan batuan yang masih segar dengan tingkat pelapukan yang sangat kecil. Batuan induk umumnya berupa peridotit. Berwarna kuning pucat sampai abu-abu kehijauan. Kadar Ni pada zona bedrock di daerah Konawe berkisar 0,51–1,31%, dan Fe antara 5,3–17,10%. Dengan ketebalan lapisan ini antara 7–10 meter (Hasria, *et al*, 2021). Gambar 2.1 menunjukkan profil endapan nikel laterit di Kabupaten Konawe.



Gambar 2.1 Profil Endapan Laterit (Amanda, R. F., 2020)

Teknologi untuk pengolahan nikel laterit secara umum ada 3 metode, antara lain pirometalurgi, hidrometalurgi dan reduksi selektif. Dari ketiga metode tersebut, hasil yang paling optimal untuk mengekstraksi nikel ialah metode

reduktif selektif (Bahfie, F. *et al*, 2021). Metode pertama pirometalurgi, yaitu metode pengolahan nikel laterit dengan suhu tinggi, yang mana panas diperoleh dari tanur berbahan bakar batubara (kokas). Kekurangan dari proses pirometalurgi ini, yaitu proses ini membutuhkan energi yang lebih tinggi dan menyebabkan permasalahan lingkungan, seperti polusi udara akibat menggunakan suhu tinggi (Kyle, J., 2010). Metode kedua hidrometalurgi, yaitu metode yang menggunakan pelindian dan larutan seperti asam untuk mengekstraksi nikel laterit. Kekurangan dari proses ini, yaitu terdapat permasalahan lingkungan dan kesehatan sehingga dapat meningkatkan biaya produksi. Ada tiga metode pelindian yang saat ini diterapkan dalam ekstraksi nikel, yaitu pencucian asam tekanan tinggi (HPAL), atmosfer pencucian asam (AL) dan pencucian tumpukan (HL). Metode yang ketiga, yaitu reduksi selektif yang merupakan metode proses pemisahan dengan menyeleksi terbentuknya besi oksida. Metode ini yang paling optimal karena mendapatkan kadar nikel yang tinggi tanpa energi yang tinggi (Bahfie, F. *et al*, 2021). Gambar 2.2 adalah diagram alir proses ekstraksi nikel dari bijih nikel laterit hingga proses presipitasi.



Gambar 2.2 Tahapan Pengolahan Nikel Laterit (Bahfie, F. *et al*, 2021)

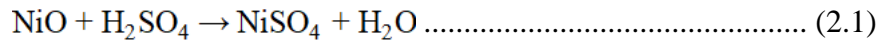
2.2 Proses Pelindian Bijih Nikel

Proses pelindian merupakan proses ekstraksi komponen terlarut dari padatan dengan menggunakan pelarut. Pelarut dan padatan disatukan sehingga zat terlarut berdifusi dari padatan ke pelarut guna memisahkan komponen-komponen penyusun bahan padat aslinya (Akinsunmade, Ola, 2022). Pelindian juga dapat disebut dengan proses pelarutan selektif logam berharga yang diinginkan dari bijih atau batuan dengan tujuan memisahkan logam berharga tersebut dari mineral pengotor menggunakan larutan *aqueous*, baik asam, basa maupun garam (Yoga, J. P. C., 2022).

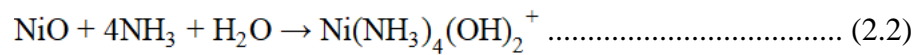
Pelindian bijih nikel adalah proses kimia atau teknologi yang digunakan untuk memisahkan logam nikel dari bijih nikel. Bijih nikel umumnya terdiri dari nikel oksida dan sulfida, serta beberapa mineral pengotor lainnya. Pelindian bijih nikel dilakukan untuk mengubah bijih nikel menjadi logam nikel murni yang dapat digunakan dalam berbagai aplikasi. Proses pelindian bijih nikel ini kompleks sebab melibatkan tahap-tahap pemurnian dan pemisahan yang berbeda untuk mendapatkan nikel yang berkualitas tinggi. Setelah pelindian, nikel yang diperoleh dapat digunakan dalam berbagai industri seperti industri baja, industri baterai, dan industri elektronik (Ndlovu, S., dan G. Simate, 2007).

Ada beberapa metode yang umum digunakan dalam pelindian bijih nikel, antara lain: pelindian asam, sulfat dan pelindian ammonia. Pada proses pelindian asam, melibatkan penggunaan asam untuk melarutkan nikel dari bijih atau konsentratnya. Asam sulfat (H_2SO_4) adalah asam yang paling umum digunakan dalam pelindian nikel (Luo, Wei, *et. al*, 2010). Reaksi kimia yang terjadi saat

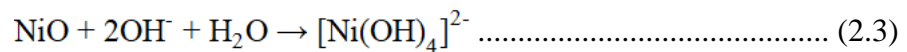
proses pelindian adalah sebagai berikut:



Pada proses pelindian amonia, melibatkan penggunaan larutan amonia (NH₃) untuk melarutkan nikel dari bijih atau konsentratnya. Amonia dapat membentuk kompleks dengan ion nikel, membentuk senyawa yang mudah larut (Hu, Xiujuan, *et al*, 2022). Dalam reaksi ini, nikel oksida bereaksi dengan amonia dan air untuk membentuk kompleks tetraammina nikel.



Dalam proses pelindian basa, melibatkan penggunaan larutan basa seperti larutan amonium hidroksida (NH₄OH) atau larutan natrium hidroksida (NaOH) untuk melarutkan nikel dari bijih atau konsentratnya (Ilyas, S. *et al*, 2019). Reaksi kimia yang terjadi saat proses pelindian adalah sebagai berikut:



Pilihan metode pelindian yang tepat tergantung pada jenis bijih nikel yang akan diproses, komposisi kimia, dan kondisi operasional (asam atau basa) yang diinginkan. Setiap metode pelindian memiliki kelebihan dan kekurangan yang perlu dipertimbangkan dalam aplikasinya. Beberapa faktor yang mempengaruhi proses pelindian nikel, antara lain: faktor suhu menunjukkan bahwa peningkatan suhu cenderung dapat meningkatkan laju reaksi dan kelarutan nikel dalam pelarut, sehingga meningkatkan efisiensi pelindian. Konsentrasi pelarut, seperti asam sulfat (H₂SO₄) atau asam klorida (HCl), dapat mempengaruhi bahwa peningkatan konsentrasi pelarut dapat meningkatkan laju pelindian. Konsentrasi nikel dalam bijih dalam proses pelindian juga mempengaruhi bahwa semakin tinggi

konsentrasi nikel dalam bijih, maka proses pelindian yang dihasil akan semakin efisien. Kemudian, ukuran partikel bijih memiliki pengaruh bahwa partikel yang lebih halus memiliki luas permukaan yang lebih besar, yang memungkinkan kontak yang lebih baik antara bijih dan pelarut, dan meningkatkan laju pelindian. Waktu pelindian berpengaruh bahwa waktu yang lebih lama dapat meningkatkan kelarutan nikel dalam pelarut. Selain itu, agitasi atau pengadukan larutan bijih dan pelarut dapat meningkatkan kontak antara keduanya, sehingga mempercepat proses pelindian (Fan, Xingxiang, *et al*, 2013).

2.3 Proses Presipitasi Fe dan Ni

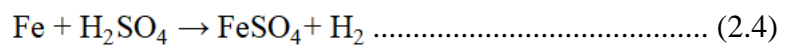
Presipitasi Fe merupakan proses antara ion besi (Fe) dalam larutan bereaksi dengan senyawa atau ion lainnya dan membentuk endapan padat yang disebut presipitat (Ninh Pham, A., *et al*, 2006). Proses presipitasi Fe dari larutan hasil pelindian biasanya dilakukan dengan tujuan untuk mengendapkan ion Fe dari larutan dan memisahkannya dari logam berharga lainnya. Ada beberapa metode yang umum digunakan dalam presipitasi Fe dari larutan hasil pelindian, antara lain (Dahman, *et al*, 2017; Zhang, P., *et al*, 2015; Puyol, D., *et al*, 2017):

- a. Presipitasi dengan senyawa pengendap: Metode ini melibatkan penambahan senyawa kimia tertentu ke larutan hasil pelindian untuk mengubah keadaan pH atau menghasilkan reaksi kimia dengan ion Fe sehingga membentuk endapan padat yang mudah dipisahkan.
- b. Presipitasi elektrokimia: Metode ini melibatkan penggunaan arus listrik untuk mengubah ion Fe dalam larutan menjadi partikel padat yang terendapkan pada elektroda yang sesuai. Proses ini dapat

dilakukan dengan menggunakan sel elektrolisis yang dirancang khusus atau melalui teknik elektrodeposisi

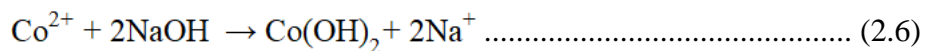
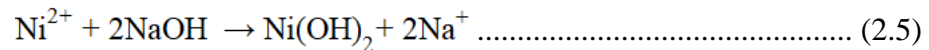
- c. Presipitasi biologis: Metode ini melibatkan penggunaan mikroorganisme tertentu, seperti bakteri, yang mampu mengoksidasi atau mereduksi ion Fe dalam larutan hasil pelindian. Proses biologis ini dapat menghasilkan endapan padat berupa senyawa besi oksida atau hidroksida.

Dari ketiga metode presipitasi Fe tersebut, presipitasi dengan senyawa pengendap merupakan metode presipitasi yang paling optimal. Hal ini dikarenakan metode tersebut relatif sederhana dan efektif. Presipitasi dengan senyawa pengendap dapat digunakan untuk memperoleh Fe dengan baik dari zat yang sulit dihilangkan dengan teknik lain. Selain itu, dengan metode tersebut, komponen yang sangat spesifik dapat dihilangkan tanpa menghilangkan zat lain, sehingga ada tingkat selektivitas yang tinggi, serta bahan limbah dari proses lain dapat bertindak sebagai reagen (Zhang, P., *et al.*, 2015). Berikut reaksi kimia saat proses presipitasi Fe dapat dilihat pada persamaan 2.4.



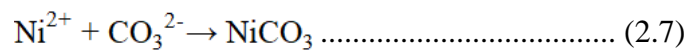
Presipitasi Ni merupakan proses pengendapan senyawa melalui reaksi kimia atau terbentuknya endapan nikel dari larutan yang mengandung ion nikel. Proses presipitasi biasanya melibatkan penambahan senyawa kimia tertentu ke dalam larutan nikel yang mengakibatkan terbentuknya endapan padat nikel. Terdapat faktor-faktor tertentu dalam proses presipitasi nikel, seperti perubahan suhu, pH, dan konsentrasi zat pengendap, yang menyebabkan senyawa nikel

mengendap sebagai padatan. Contoh presipitasi nikel adalah reaksi antara larutan ion nikel(ii) (Ni^{2+}) dan kobalt(ii) (Co^{2+}) dengan larutan natrium hidroksida (NaOH), yang menghasilkan endapan nikel hidroksida ($\text{Ni}(\text{OH})_2$) (Wanta, K., *et al*, 2019):

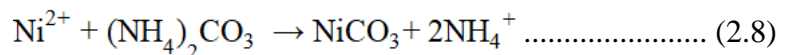


Selain natrium hidroksida (NaOH), terdapat beberapa senyawa kimia lain yang dapat digunakan untuk presipitasi nikel, yaitu: natrium karbonat (Na_2CO_3) (Ramesh, dan Vishnu K., 2006), amonium hidroksida (NH_4OH) dan amonium karbonat ($(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$) (Funakoshi, K., *et al*, 2016).

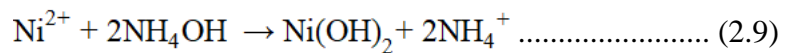
- a. Natrium karbonat (Na_2CO_3), reaksinya dengan ion nikel menghasilkan nikel karbonat (NiCO_3) sebagai endapan padat (Ramesh, dan Vishnu K, 2006).



- b. Amonium karbonat ($(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$), digunakan untuk presipitasi nikel dalam kondisi alkali, dan hasilnya adalah nikel karbonat (NiCO_3) sebagai endapan padat (Funakoshi, K., *et al*, 2016).

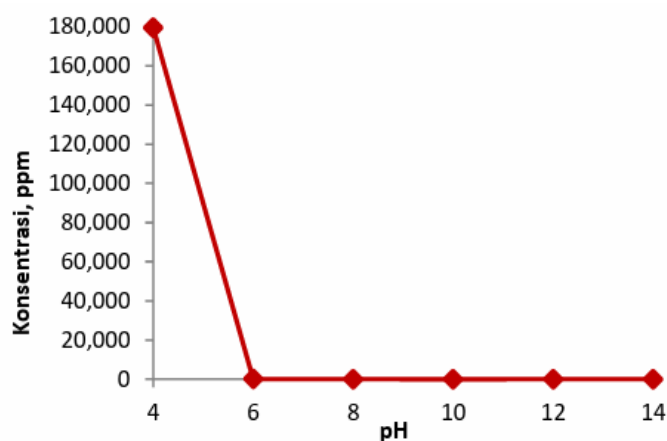


- c. Amonium hidroksida (NH_4OH), reaksi presipitasi nikel hidroksida dengan amonium hidroksida mirip dengan reaksi presipitasi nikel hidroksida dengan natrium hidroksida (Funakoshi, K., *et al*, 2016).



Endapan nikel hidroksida ($\text{Ni}(\text{OH})_2$) dapat ditemukan sebagai padatan berwarna hijau kebiruan yang mengendap di dasar tabung reaksi. Presipitasi nikel digunakan dalam berbagai aplikasi industri, termasuk dalam produksi logam nikel, pemurnian nikel dari larutan, serta dalam pengolahan limbah dan pemulihan nikel dari limbah industri.

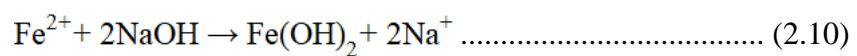
Dalam proses presipitasi baik Fe maupun Ni dari larutan hasil pelindian, terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi hasil pengendapan atau hasil presipitat, antara lain: ion lain dalam larutan, pH, dan waktu presipitasi. Pengaruh ion lain dalam larutan dengan Fe dan Ni dalam proses presipitasi, yaitu menentukan besarnya *persentase* penyisihan logam yang terpresipitasi (Wanta, K., *et al*, 2019). Kemudian, pengaruh pH sangat penting terhadap endapan yang dihasilkan. pH yang optimum akan menghasilkan endapan yang banyak dan kemurnian yang tinggi. Berikut Gambar 2.3 menunjukkan adanya pengaruh pH terhadap proses presipitasi Ni (Wanta, K., *et al*, 2019).



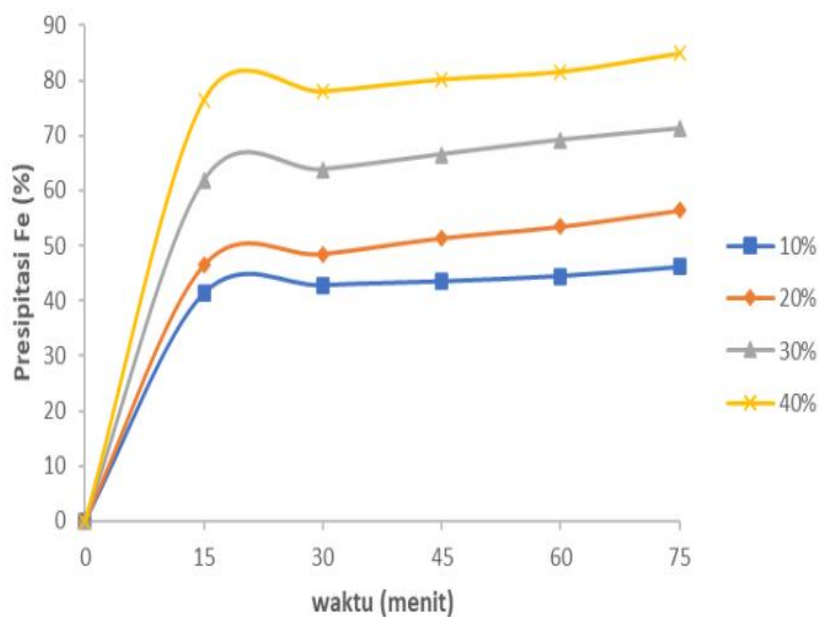
Gambar 2.3 Pengaruh pH Terhadap Proses Presipitasi Ni (Wanta, K., *et al*, 2019)

Kemudian, pengaruh waktu presipitasi Fe dan Ni, yaitu dengan peningkatan waktu pengendapan akan meningkatkan presipitasi logam. Waktu

presipitasi bergantung pada terbentuknya endapan, apabila endapan yang terbentuk sudah konstan, maka proses presipitasi dapat dihentikan. Selain itu, konsentrasi NaOH juga memiliki pengaruh dalam presipitasi Fe dan Ni. Sebagai contoh, dalam penelitian presipitasi besi dari larutan hasil pelindian bijih nikel laterit, semakin tinggi konsentrasi NaOH maka semakin tinggi pula besi yang terpresipitasi dalam bentuk senyawa $\text{Fe}(\text{OH})_2$, seperti reaksi berikut:



Berikut Gambar 2.4 menunjukkan grafik yang menandakan adanya pengaruh dari konsentrasi NaOH dan waktu presipitasi terhadap endapan Fe yang terbentuk (Wahab, *et al.*, 2022).



Gambar 2.4 Grafik Pengaruh Konsentrasi NaOH 10%, 20%, 30% dan 40% Terhadap Presipitasi Fe (Wahab, *et al.*, 2022)

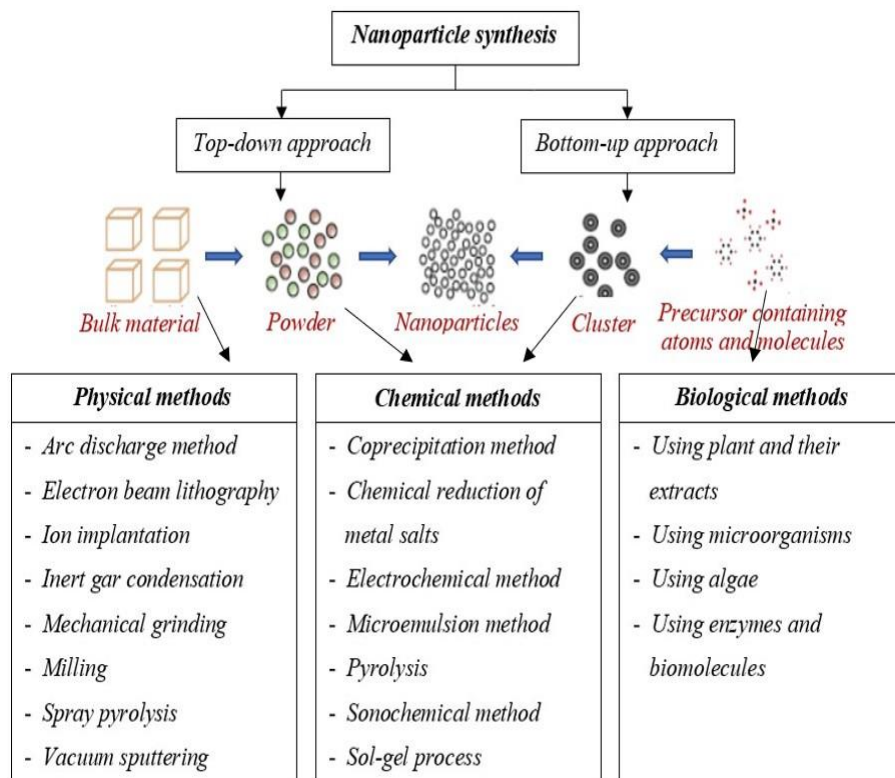
Berikut Tabel 2.1 merupakan data hasil laporan akhir disertasi Fathan Bahfie yang menunjukkan nilai kadar larutan hasil presipitasi Fe, Ni, Co yang dijadikan sebagai data awal bahan sebelum ke proses sintesis pada penelitian ini.

Tabel 2.1 Data ICP-OES Laporan Akhir Disertasi Sampel Larutan Hasil Presipitasi Fe, Co, Ni (Bahfie, F., 2023)

Unsur	Hasil Uji ICP-OES (ppm)	Unsur	Hasil Uji ICP-OES (ppm)
Ni pH 4	14,565	Ni pH 14	-0,528
Fe pH 4	-1,116	Fe pH 14	-0,315
Co pH 4	0,3327	Co pH 14	0,0894

2.4 Metode Sintesis Nanopartikel

Sintesis merupakan uji nyata kemampuan dalam menggunakan dan mengendalikan reaksi kimia. Salah satu tujuan sintesis dilakukan, yaitu untuk menemukan senyawa atau zat baru yang belum diketahui sebelumnya tapi diramalkan akan mempunyai sifat berguna baik untuk menguji teori maupun penciptaan produk kimia baru. Penemuan ini dilakukan melalui serangkaian tahap yang dikendalikan (Pine, 1988). Di era sekarang ini, nanopartikel makin berperan di berbagai bidang kehidupan. Oleh karena itu, perlu terus dikembangkan metode sintesis yang tidak sekedar efektif, namun teknologinya juga harus ramah lingkungan dan berkelanjutan serta tidak hanya memperhatikan aspek kuantitas hasil saja, tetapi juga aspek keamanan bagi lingkungan (Fajaroh, F., 2018). Sintesis nanopartikel dapat dilakukan dengan dua metode, yaitu metode *top-down* dan metode *bottom-up*. *Top-down* berarti memecahkan partikel berukuran besar menjadi berukuran nano, sementara *bottom-up* adalah proses sintesis partikel nano dimulai dari atom-atom atau kluster yang dibentuk, sehingga terbentuk partikel berukuran nano sesuai yang diinginkan. Gambar 2.5 menunjukkan diagram klasifikasi metode sintesis nanopartikel.



Gambar 2.5 Diagram Klasifikasi Metode Sintesis Nanopartikel (Trisnayanti, N. P., 2020)

Metode sintesis nanopartikel secara garis besar dibedakan menjadi 3 macam, yaitu metode fisika, kimia dan biologi (Trisnayanti, N. P., 2020). Sintesis metode fisika adalah metode sintesis dengan cara memecahkan padatan logam menjadi partikel-partikel kecil berukuran nano. Salah satu contoh sintesis secara fisika adalah ablasi laser, pada penelitian (Rafique, M., *et al.*, 2019), yaitu membuat nanopartikel perak dengan metode ablasi laser di dalam air yang telah di deionisasi. Sintesis metode kimia adalah metode sintesis yang dilakukan dengan cara membentuk nanopartikel melalui reaksi kimia. Beberapa contoh metode yang umum dalam sintesis kimia antara lain kopresipitasi (Muflihatun, *et al.*, 2015), reduksi kimia (Oktaviani, D. T., *et al.*, 2015), dan sol-gel (Elma, M., 2018). Sedangkan sintesis metode biologi adalah sintesis nanopartikel dengan

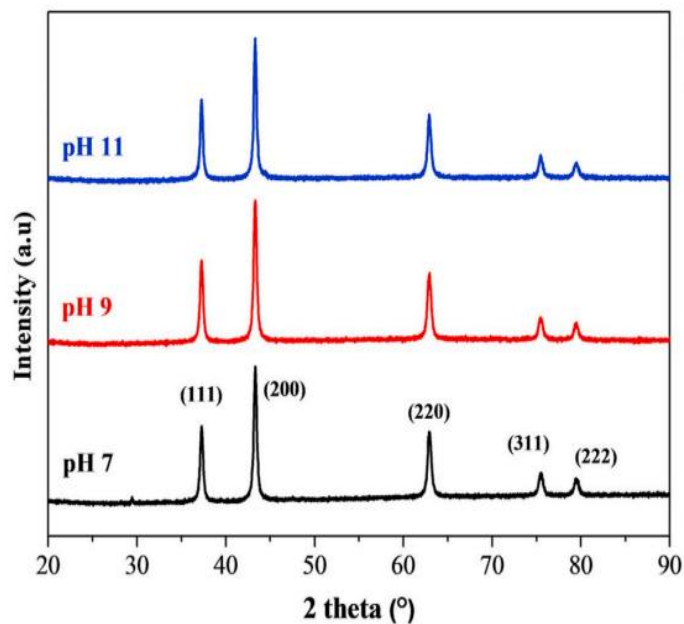
menggunakan media dari bahan-bahan biologi baik mikroorganisme maupun tumbuh-tumbuhan. Biosintesis menggunakan ekstrak dari tumbuhan memiliki proses yang lebih sederhana dibandingkan dengan menggunakan mikroorganisme, karena tidak perlu menyiapkan media mikroorganisme atau kultur sel untuk bahan utamanya (Purnomo, S. R., *et al*, 2017).

Sintesis nanopartikel nikel dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya, yaitu metode sintesis, jenis prekursor, katalis dan surfaktan, serta kondisi reaksi. Metode sintesis memiliki peran penting dalam pembentukan nanopartikel nikel. Setiap metode sintesis memiliki parameter kunci yang dapat mempengaruhi ukuran, bentuk, sifat dan distribusi ukuran nanopartikel yang dihasilkan (Patra, J., *et al*, 2014). Jenis prekursor kimia yang digunakan dalam sintesis nanopartikel nikel berperan sangat penting juga. Komposisi dan konsentrasi prekursor akan mempengaruhi ukuran, bentuk, dan sifat-sifat lain dari nanopartikel yang terbentuk. Prekursor yang berbeda, seperti nikel nitrat atau nikel asetat, dapat memberikan pengaruh pada reaksi reduksi dan karakteristik produk akhir (Mateos, *et al*. 2019).

Penambahan katalis atau surfaktan dalam reaksi sintesis nanopartikel nikel dapat mengatur kinetika reaksi dan mengontrol ukuran dan morfologi partikel. Katalis dapat meningkatkan kecepatan reaksi reduksi, sedangkan surfaktan dapat mengendalikan pertumbuhan dan dispersi partikel (Shamim, A., *et al*, 2019). Terakhir, yaitu faktor kondisi reaksi, seperti parameter suhu, waktu reaksi, pH, dan konsentrasi reaktan dapat mempengaruhi sintesis nanopartikel nikel. Variasi dalam parameter ini dapat menghasilkan perubahan ukuran, bentuk, dan sifat

permukaan partikel yang dihasilkan (Deen, J., *et al*, 2020).

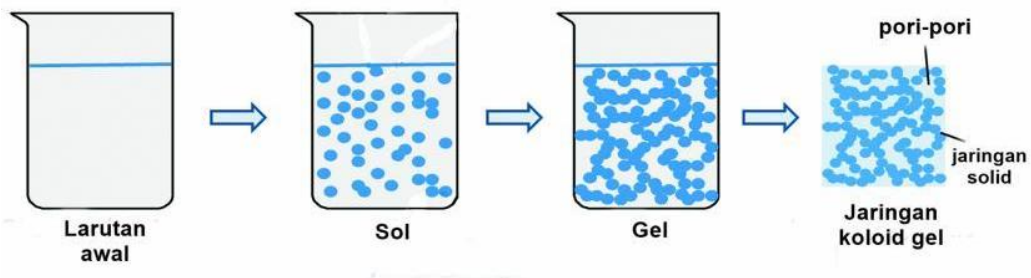
Dalam parameter kondisi reaksi, suhu yang tepat dapat mempengaruhi kinetika reaksi dan pertumbuhan partikel. Perubahan suhu dapat menghasilkan partikel dengan ukuran dan struktur yang berbeda. Waktu reaksi dalam sintesis nanopartikel nikel dapat berpengaruh pada nanopartikel yang dihasilkan, yaitu apabila semakin pekatnya warna pada larutan nanopartikel logam maka waktu reaksinya akan semakin meningkat (Jannah, R. R., dan Amaria, 2020). Kemudian, parameter yang ketiga, yaitu konsentrasi, menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi pereduksi maka akan semakin kecil intensitasnya dengan panjang gelombang. Sementara, untuk pH senyawa pereduksi dapat mempengaruhi hasil reduksi ion logam menjadi nanopartikel. Variasi pH juga akan mempengaruhi ukuran partikel yang dihasilkan dengan menggunakan pengujian XRD (Boudiaf, M., *et al*, 2021). Gambar 2.6 adalah hasil pola difraksi XRD nanopartikel NiO diperoleh pada nilai pH yang berbeda.



Gambar 2.6 Pola XRD Nanopartikel Ni Variasi pH (Boudiaf, M., *et al*, 2021)

2.5 Metode Sol-Gel

Metode sol-gel merupakan salah satu metode sintesis nanopartikel yang menerapkan 2 tahapan fasa penting, yaitu sol dan gel. Sol merupakan nama larutan koloid yang terbuat dari partikel padat berdiameter beberapa ratus nm, yang tersuspensi dalam fase cair. Suspensi dari partikel padat atau molekul-molekul koloid dalam larutan, dibuat dengan metal alkoxi dan dihidrolisis dengan air menghasilkan partikel padatan metal hidroksida dalam larutan yang reaksinya disebut juga dengan reaksi hidrolisis. Sedangkan gel merupakan makromolekul padat yang direndam dalam pelarut atau *solvent*. Manfaat utama metode sol-gel ini ialah mendapatkan kemurnian yang tinggi dan struktur nano pada suhu rendah (Elma, M., 2018). Gambar 2.7 adalah ilustrasi molekul pada proses sintesis metode sol-gel.



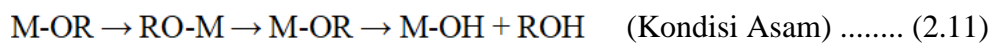
Gambar 2.7 Tahapan Preparasi dengan Metode Sol-Gel (Liza, Yulia M., *et al*, 2018)

Prinsip kerja metode sol-gel, yaitu pembentukan senyawa awal (prekursor) yang terdiri dari garam-garam organik atau senyawa metal organik, kemudian terjadi polimerisasi larutan, pengeringan, dan kalsinasi untuk menghilangkan senyawa organik serta membentuk material anorganik berupa oksida. Pada umumnya, tahapan dalam metode sol-gel terbagi menjadi tiga bagian, antara lain

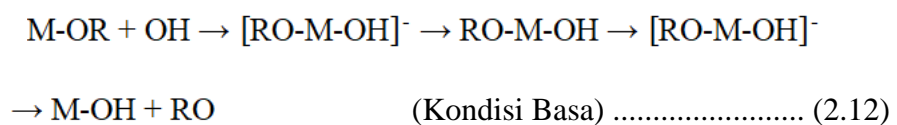
hidrolisis, kondensasi alkohol, dan kondensasi air. Namun, ada juga beberapa sumber yang mengatakan tahapan dalam metode sol-gel itu terbagi menjadi empat bagian, yaitu hidrolisis, kondensasi, pematangan gel, dan pengeringan (Elma, M., 2018).

a. Hidrolisis

Tahap pertama dalam proses sol-gel, yaitu hidrolisis. Pada tahap ini, logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air dan menghasilkan koloid sol. Pada tahap hidrolisis terjadi reaksi penggantian gugus alkoksida atau ligan (-OR) oleh gugus hidroksil (-OH). Hidrolisis ini dapat terjadi dalam kondisi asam dan basa. Pada kondisi asam, gugus alkoksida akan terprotonasi dengan cepat. Contohnya dengan menggunakan *Tetraethyl Orthosilicate* atau biasa disingkat dengan TEOS yang merupakan alkoksida dari silikon, yang menyebabkan alkoksidanya akan lebih mudah diserang oleh H₂O. Hal tersebut disebabkan TEOS akan mengambil kerapatan dari atom silikon yang menyebabkan alkoksida akan bersifat elektrofilik (Liza, Yulia M., *et al*, 2018).



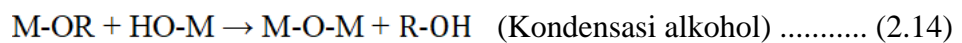
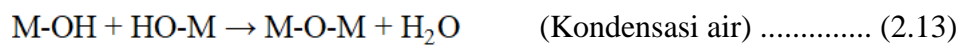
Dengan nilai konsentrasi katalis yang sama, pada kondisi basa ternyata alkoksida silikon akan terprotonasi lebih lama dibandingkan dengan alkoksida silikon pada kondisi asam. Hal tersebut disebabkan oleh kecenderungan oksigen alkoksida untuk menolak gugus hidroksil (-OH).



Faktor yang mempengaruhi proses hidrolisis ialah rasio air atau prekursor dan jenis katalis hidrolisis yang digunakan. Apabila semakin reaktif prekursornya, maka akan meningkatkan reaksi hidrolisis yang mengakibatkan reaksi berlangsung cepat sehingga waktu gelasi lebih cepat (Liza, Yulia M., *et al*, 2018).

b. Kondensasi

Pada tahapan kondensasi terjadi proses transisi dari sol menjadi gel. Reaksi tahap ini melibatkan ligan hidroksil untuk menghasilkan polimer dengan ikatan M-O-M. Reaksi kondensasi terbagi menjadi dua bagian, yaitu kondensasi dalam kondisi asam dan kondensasi dalam kondisi basa. Pada kondisi asam, silanol akan terprotonasi yang menyebabkan silikon lebih elektrofilik sehingga lebih mudah diserang oleh nukleofilik. Sedangkan pada kondisi basa, nukleofilik akan menyerang silanol yang terdeprotonasi pada asam silika netral menghasilkan ikatan siloksan. Reaksi ini menghasilkan produk samping berupa air atau alkohol dengan persamaan reaksi secara umum (Subagja, 2017):



c. Pematangan Gel

Tahapan ketiga yaitu proses pematangan gel yang terbentuk dari proses kondensasi. Proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat dan menyusut di dalam larutan. Proses ini lebih dikenal dengan proses *aging* (Subagja, 2017).

d. Pengeringan

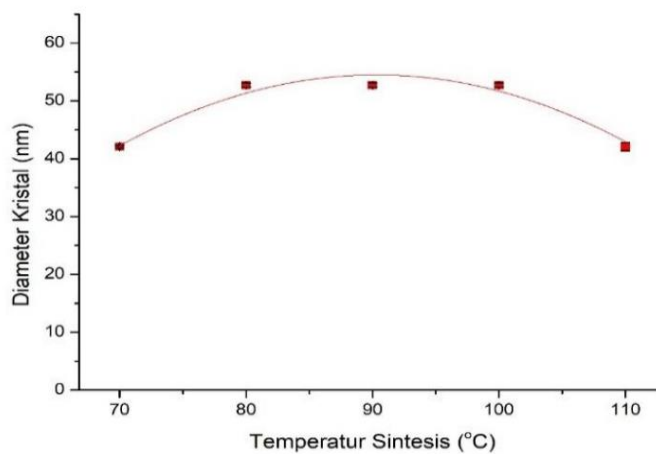
Tahap terakhir dalam metode sol-gel, yaitu proses pengeringan. Proses ini merupakan proses penguapan pelarut yang digunakan dengan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol-gel yang luas permukaannya besar (Subagja, 2017).

Faktor-faktor yang mempengaruhi metode sol-gel, antara lain prekursor, pelarut, suhu, dan aditif. Faktor pertama, yaitu prekursor, senyawa alkoksida merupakan prekursor yang paling banyak digunakan pada metode sol-gel. Prekursor yang digunakan dalam proses sol-gel harus mudah larut dalam media reaksi (pelarut) dan harus cukup reaktif dalam pembentukan gel. Perbedaan dari senyawa alkoksida yang digunakan dalam proses sol-gel akan memperlihatkan dalam hal densitas, ukuran pori dan luas permukaan gel (Ningsih, 2016).

Pelarut merupakan faktor kedua yang berfungsi untuk melarutkan prekursor sehingga dihasilkan material yang homogen. Pelarut dapat mengontrol waktu pembentukan gel, morfologi partikel, dan ukuran partikel. Apabila prekursor sangat reaktif maka menggunakan pelarut nonpolar. Sebaliknya, apabila prekursor kurang reaktif, digunakan pelarut polar. Pelarut yang banyak digunakan dalam pembentukan suatu larutan adalah alkohol, karena mempunyai tekanan uap tinggi pada suhu kamar dan mudah menguap saat pemanasan (Bokov, D., *et al*, 2021).

Suhu merupakan faktor ketiga yang berperan dalam proses pembentukan gel. Penggunaan suhu yang tinggi akan meningkatkan laju hidrolisis dan kondensasi sehingga pembentukan gel cepat terbentuk. Faktor terakhir yaitu

penggunaan aditif yang bertujuan untuk mendapatkan larutan yang stabil dan homogen. Selain itu untuk membantu melarutkan (*dissolution agent*). Mekanisme dan waktu pembentukan gel dipengaruhi oleh daya kompleks aditif (Schubert, 2015). Gambar 2.8 adalah pengaruh suhu sintesis nanopartikel metode sol-gel terhadap diameter kristal nanopartikel yang terbentuk.



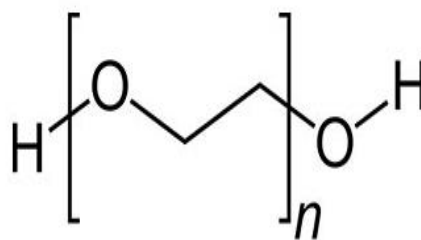
Gambar 2.8 Grafik Diagram Suhu Sintesis Terhadap Diameter Kristal Nanopartikel yang Terbentuk (Famia, A. M., 2019)

2.6 Polyethylene Glycol (PEG)

Polyethylene Glycol (PEG) merupakan polimer etilen oksida yang larut dalam air dan tersedia secara komersial dengan massa molar yang berkisar antara 200 dan 20.000 gmol^{-1} . PEG ini memiliki banyak aplikasi yang bergantung pada massa molar dan secara rutin digunakan dalam peralatan medis, pengembangan dan pengiriman obat, penyembuhan luka, kosmetik, surfaktan, pencahar, dan pelumas (Schwinefus, 2015). Rumus kimia untuk PEG adalah $(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n \cdot \text{H}_2\text{O}$. Dimana “n” mewakili jumlah rata-rata dari gugus *oxyethylene*, dan suhu dibawah 55°C adalah bubuk putih yang larut dalam air (Andries H. V., 2015). PEG digunakan sebagai surfaktan dalam proses sintesis nanopartikel pada penelitian ini

dikarenakan mempunyai kelarutan yang baik dalam air dan kesamaan secara struktur kimia karena adanya gugus hidroksil primer pada ujung rantai polieter yang mengandung oksietilen $H(OCH_2CH_2)_nOH$ sehingga PEG meningkatkan kompatibilitas dan sifat mekanik, mempunyai sifat stabil, tidak beracun, non-korosif, tidak berbau, dan tidak berwarna.

Peran penambahan *polyethylene glycol* dalam sintesis nanopartikel yaitu untuk membantu mengontrol struktur dan ukuran partikel, yang akan mempengaruhi pada luas permukaan dan porositas partikel, sehingga ukuran partikel dari nano dapat menurun menjadi ukuran yang lebih kecil dengan bertambahnya volume larutan dari PEG (Maulana, 2020). Selain itu, *polyethylene glycol* ini sebagai salah satu zat yang dapat digunakan untuk memaksimalkan aktifitas fotokatalitik, yang berfungsi sebagai *template*, dan pembungkus partikel, sehingga diperoleh hasil partikel dengan bentuk bulatan yang seragam (Perdana F. A, 2010). Gambar 2.9 adalah rumus struktur dari PEG.



Gambar 2.9 Struktur *Polyethylene Glycol* (PEG) (Andries, H. V, 2015)

2.7 Triton X-100

Triton X-100 ($C_{14}H_{22}O(C_2H_4O)_n$) merupakan surfaktan nonionik yang memiliki rantai polietilen oksida hidrofilik (rata-rata memiliki 9,5 unit etilen oksida) dan gugus lipofilik atau hidrofobik hidrokarbon aromatik. Triton™ X-100

adalah surfaktan dan pengemulsi non-ionik umum yang sering digunakan dalam aplikasi biokimia untuk melarutkan protein. Triton X-100 awalnya merupakan merek dagang yang terdaftar dari Rohm & Haas Co. Triton X-100 memiliki sifat hemolitik dan digunakan untuk ekstraksi DNA. Triton™-X telah digunakan dalam permeabilisasi sel untuk pewarnaan imunofluoresensi, sebagai komponen *buffer lisis* dalam analisis *western blot*, dan sebagai komponen *saline buffered tris* untuk persiapan bagian sel dalam pelabelan *immunogold* untuk mikroskop elektron. Triton X-100 ini berperan dalam mencegah partikel terjadinya agglomerasi (Merck KGaA, 2023).

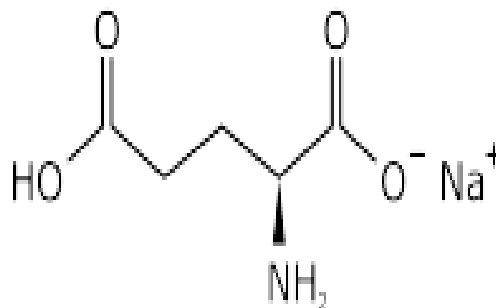
Triton X juga digunakan sebagai surfaktan dalam proses sintesis nanopartikel pada penelitian ini dikarenakan dalam penelitian Zorkipli, menjelaskan sintesis nanopartikel nikel oksida (NiO) menggunakan metode sol-gel dalam keadaan basa dengan prekursor yang digunakan yaitu *polyethylene glycol* dan triton X-100, kemudian hasil struktur, ukuran partikel, dan morfologi partikel NiO diketahui bahwa NiO memiliki struktur kubik tanpa adanya pengotor dan ukuran diameter rata-rata sekitar 32-60 nm (Zorkipli N. N., *et al*, 2016). Ini menggambarkan metode sintesis yang menggunakan surfaktan Triton-X 100 sebagai surfaktan non-ionik untuk mensintesis nanopartikel menunjukkan bahwa triton X-100 dapat meningkatkan homogenitas gel dan mengoptimalkan pembentukan struktur pori pada bahan sol-gel.

2.8 Monosodium Glutamate (MSG)

Monosodium glutamate (MSG) digunakan dalam penelitian ini sebagai agen pelindian nikel yang hasil pelindiannya dijadikan sebagai prekursor dalam

kondisi basa untuk proses sintesis. MSG sendiri merupakan hasil purifikasi *glutamate* atau gabungan dari beberapa asam amino dengan sejumlah kecil peptida yang dihasilkan dari proses hidrolisis protein. Asam *glutamate* digolongkan pada asam amino *non-essential* sebab tubuh manusia dapat menghasilkan asam *glutamate*. MSG berbentuk kristal putih dan kaya akan *glutamate* yang dimana banyak digunakan sebagai bumbu masakan, meskipun tidak memiliki rasa, hanya saja mempunyai fungsi sebagai penegas rasa (*flavor enhancer*).

Monosodium glutamate (MSG) memiliki rumus kimia, yaitu $C_5H_8NO_4Na$ dengan titik lebur $232^{\circ}C$ atau $505^{\circ}K$. Ajinomoto Co merupakan produk MSG berupa bumbu makanan dari perusahaan Jepang (Lölinger, 2000). Keunggulan *monosodium glutamate* (MSG) yang dijadikan sebagai agen pelindian telah diuji oleh penelitian Prasetyo bahwa daur ulang MSG dari larutan hasil pelindian menghasilkan $>90\%$ *recovery* sebagai asam glutamat (Prasetyo, E., 2020). Gambar 2.10 adalah rumus struktur dari *monosodium glutamate* (MSG).



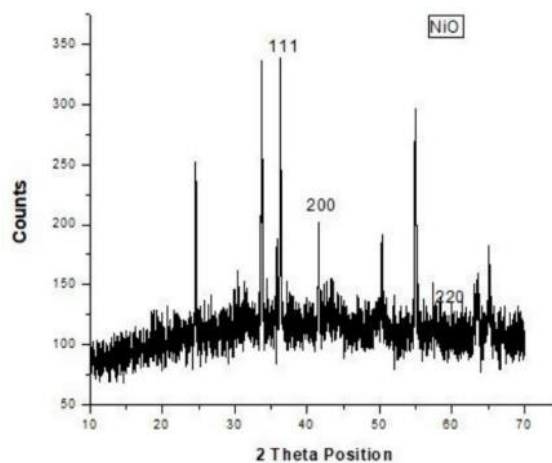
Gambar 2.10 *Monosodium Glutamate* (MSG) (Lölinger, 2000)

2.9 Pengaruh pH dan Waktu Pada Metode Sol-Gel

Pengaruh waktu *stirring* pada proses sintesis nanopartikel nikel dengan metode sol-gel, yaitu semakin lama waktu *stirring*, maka akan menghasilkan

ukuran kristal nanopartikel yang semakin kecil (Revangga, 2020). Sementara, nilai pH dalam sintesis nanopartikel berpengaruh terhadap morfologi dan ukuran partikel yang terbentuk. Dalam penelitian oleh Yuniarti, E., *et al*, 2013, mengatakan bahwa dengan peningkatan nilai pH maka akan menghasilkan ukuran butir yang semakin kecil. Dengan naiknya nilai pH juga dapat meningkatkan nilai konduktivitas. Nilai konduktivitas sendiri sangat dipengaruhi oleh pelapisan karbon pada material katoda (Yuniarti, E., *et al*, 2013).

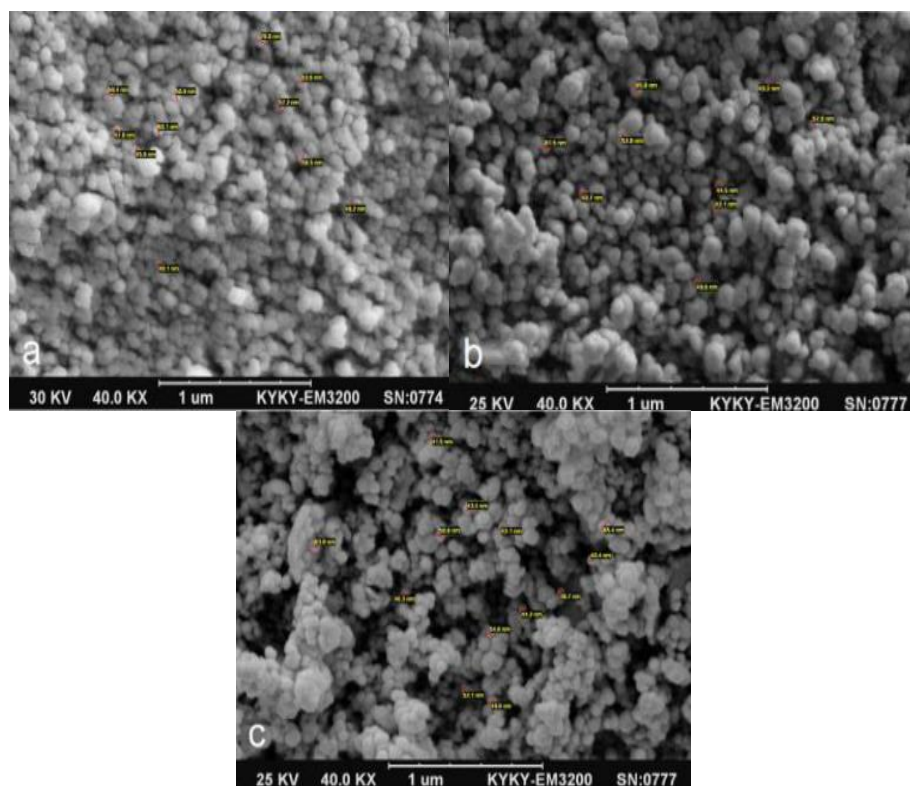
Berdasarkan penelitian Shamim A., 2019, menggunakan bahan kimia, yaitu nikel(ii)nitrat heksahidrat dan natrium hidroksida 0,5M, ditandai dengan warna hijau. Dari penelitian tersebut menghasilkan produk dengan ukuran partikelnya dibawah 100 nm dan menurut data XRD menunjukkan NiO nanopartikel murni tanpa pengotor. Nanopartikel yang terbentuk menunjukkan aglomerasi dilokasi yang berbeda karena energi permukaan yang besar dan reaktivitas yang tinggi (Shamim A., 2019). Gambar 2.11 adalah grafik hasil XRD sintesis nanopartikel nikel oksida (NiO) yang dilakukan oleh Shamim.



Gambar 2.11 Grafik Hasil XRD Nanopartikel NiO (Shamim A., 2019)

Adapun penelitian lain yang menguatkan bahwa sampel media basa yang

paling cocok dalam sintesis nanopartikel nikel. Berdasarkan penelitian Pooyandeh S., 2020, menunjukkan bahwa nanopartikel dengan ukuran yang lebih kecil dapat dibentuk dengan prekursor nikel nitrat. Kemudian, perbandingan antara nikel nitrat media asam (pH larutan adalah 1,83) dan media basa (pH larutan adalah 11,89), yaitu jumlah nikel oksida dalam sampel nikel nitrat media basa lebih tinggi karena pada media basa telah menyebabkan pembentukan gel yang memungkinkan densitas nanopartikel lebih tinggi. Hasil perhitungan menggunakan persamaan Debye-Scherrer juga menunjukkan bahwa sampel dalam medium basa memiliki ukuran kristal terkecil. Gambar 2.12 adalah hasil pengujian SEM sintesis nanopartikel nikel oksida (NiO) yang dilakukan oleh Pooyandeh.



Gambar 2.12 Hasil SEM NiO Nanopartikel (a) Nikel Nitrat Natrium Hidroksida, (b) Nikel Nitrat Asam Sitrat, (c) Nikel Klorida Sodium Hidroksida (Pooyandeh, S., 2020)

2.10 Pengaruh Sonikasi Terhadap Sol-Gel Hasil Sintesis

Sonikasi merupakan metode dengan pemanfaatan gelombang ultrasonik yang dimana generator listrik ultrasonik membuat sinyal listrik yang diubah menjadi getaran fisik atau gelombang ultrasonik sehingga memiliki efek yang disebut efek kavitasi pada larutan yang menyebabkan pecahnya molekul-molekul larutan. Metode sonikasi ini memiliki beberapa fungsi dalam proses sintesis metode sol-gel, antara lain: meningkatkan homogenitas campuran, meningkatkan kecepatan reaksi, menghasilkan efek kavitasi untuk memecah partikel besar menjadi partikel yang lebih kecil (Neppolian, *et al.*, 2007; Zhang, P., *et al.*, 2015). Selain itu, dapat mencegah terjadinya *creaming* atau sedimentasi selama masa penyimpanan, selain itu metode ini menghasilkan luas permukaan yang besar sehingga dapat mempercepat penetrasi bahan aktif dan memudahkan penyebaran serta berwarna transparan (Rusdiana, I. A. *et al*, 2018).

Metode sonikasi digunakan untuk mencegah terjadinya oksidasi pada ion-ion metal yang mengakibatkan terbentuknya partikel amorf (Firnando H. G., 2015). Untuk lamanya waktu sonikasi dapat mempengaruhi bentuk morfologi suatu partikel. Semakin lama waktu sonikasi, ukuran partikel cenderung lebih homogen dan mengecil yang akhirnya menuju ukuran nanopartikel yang stabil serta penggumpalan pun semakin berkurang. Hal ini disebabkan karena gelombang kejut pada metode sonikasi dapat memisahkan penggumpalan partikel (aglomerasi) dan terjadi dispersi sempurna dengan penambahan surfaktan sebagai penstabil (Yuniarti, Y., 2015).

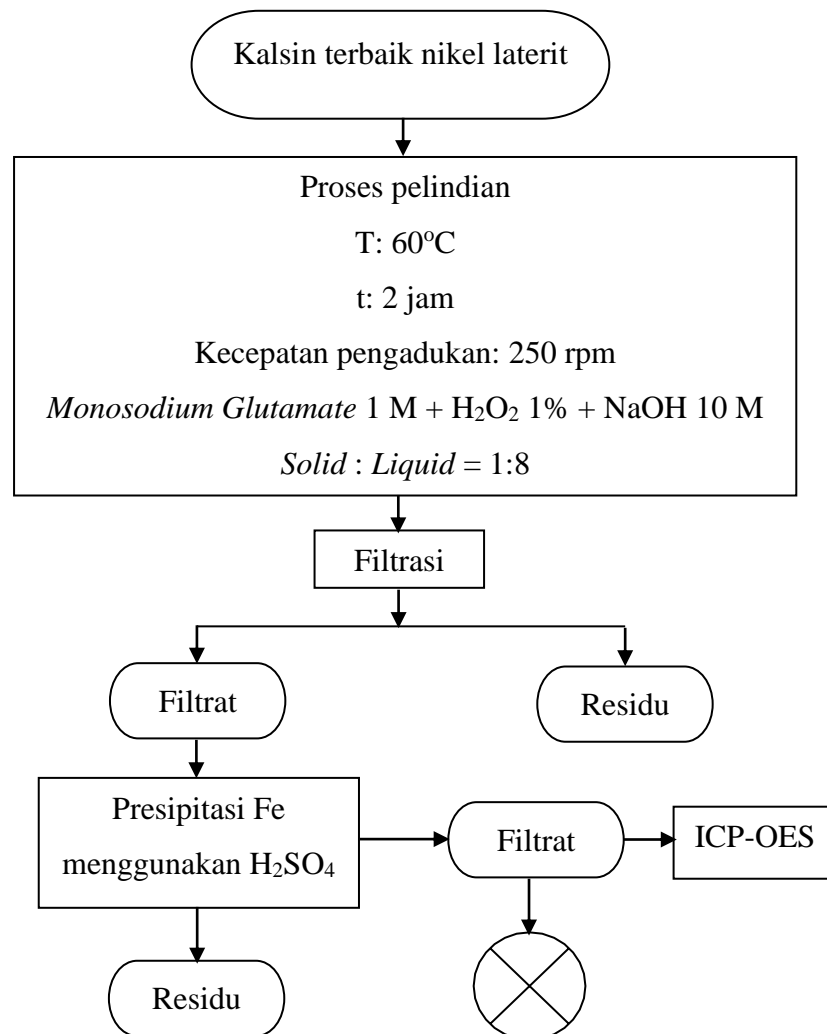
Penelitian (Faradis R., 2017) menunjukkan bahwa sintesis ZnO

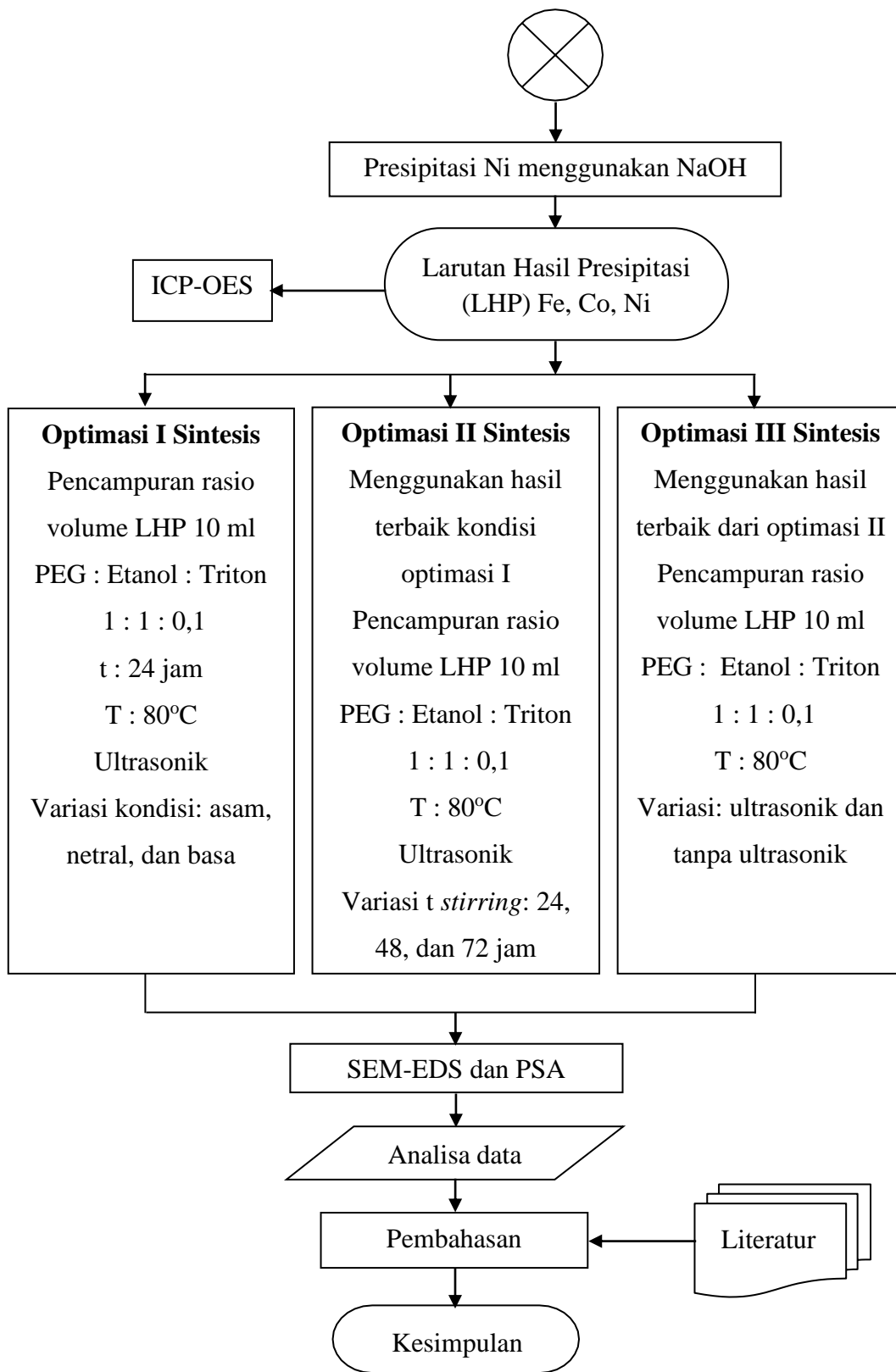
menggunakan metode sonikasi (*low intensity*) dengan prekursor zink asetat dihidrat selama 2 dan 4 jam pada suhu ruang menghasilkan pola data XRD dengan fasa murni ZnO. Hasil morfologi partikel ZnO yang dilakukan sonikasi selama 120 menit halus jika dibandingkan dengan waktu sonikasi selama 4 jam, berbentuk *needle-shaped* dengan ukuran diameter 80-100 nm. Adapun penelitian lain yang mengatakan bahwa lamanya waktu sonikasi berpengaruh terhadap massa molekul rata-rata (Mv), yaitu terjadinya penurunan Mv pada waktu sonikasi 120 menit (Anugraini A., *et al*, 2018). Sama halnya dengan penelitian (Yuniarti, Y., 2015) yang menunjukkan bahwa waktu yang optimum untuk menghasilkan pasir silika dengan kemurnian tinggi, yaitu pada waktu 120 menit dengan konsentrasi asam oksalat 1,5 g/L.

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Penelitian ini dimulai dengan tahapan preparasi sampel awal, yaitu kalsin terbaik nikel laterit yang merupakan hasil proses reduksi selektif yang dilakukan oleh penelitian sebelumnya (Bahfie *et al*, 2021), kemudian dilanjutkan dengan tahapan sintesis. Gambar 3.1 menunjukkan diagram alir penelitian proses sintesis nanopartikel nikel menggunakan metode sol-gel.





Gambar 3.1 Diagram Alir Sintesis Nanopartikel Nikel Metode Sol-Gel

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat yang digunakan

Tabel 3.1 dan 3.2 adalah daftar nama alat pengujian maupun alat yang digunakan selama proses dalam penelitian ini.

Tabel 3.1 Alat-Alat Pengujian yang Digunakan Dalam Penelitian

No.	Nama Alat
1.	<i>Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry (ICP-OES)</i>
2.	<i>Scanning Electron Microscope Energy Dispersive System (SEM-EDS)</i>
3.	<i>Particle Size Analyzer (PSA)</i>

Tabel 3.2 Alat-Alat yang Digunakan Dalam Penelitian

No.	Nama Alat	No.	Nama Alat
1.	Batang Pengaduk	13.	<i>Magnetic Stirrer</i>
2.	<i>Beaker (50, 250 ml)</i>	14.	Mesin SEM-EDS
3.	<i>Botol Centrifuge</i>	15.	Mesin PSA
4.	<i>Bulb (Filler)</i>	16.	Neraca Digital
5.	Corong	17.	<i>Oven</i>
6.	<i>Centrifuge</i>	18.	<i>Plastik Wrap</i>
7.	<i>Erlenmeyer 250 ml</i>	19.	Plastik Sampel
8.	Gelas Ukur 100 ml	20.	Pipet Tetes
9.	<i>Hotplate</i>	21.	Pipet Ukur 10 ml
10.	Kertas pH meter	22.	Sarung Tangan Karet
11.	Kertas Saring	23.	Sarung Tangan <i>Oven</i>
12.	Labu Ukur		

3.2.2 Bahan yang digunakan

Tabel 3.3 menunjukkan daftar nama bahan yang digunakan dalam penelitian ini.

Tabel 3.3 Bahan-Bahan yang Digunakan Dalam Penelitian

No.	Nama Bahan	No.	Nama Bahan
1.	<i>Aquadest</i>	6.	<i>Monosodium Glutamate</i> (MSG)
2.	Asam Sitrat Monohidrat ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$)	7.	Natrium Hidroksida (NaOH)
3.	Asam Sulfat (H_2SO_4)	8.	Nikel Laterit Kalsin Terbaik Hasil Reduksi Selektif (Kalsin)
4.	<i>Etanol</i> (C_2H_5OH)	9.	<i>Polyethylene Glycol</i> (PEG)
5.	Hidrogen Peroksida (H_2O_2)	10.	Triton X-100

3.3 Prosedur Penelitian

Adapun prosedur yang dilakukan selama penelitian adalah sebagai berikut.

1. Preparasi Sampel

- a. Sampel nikel laterit yang berasal dari kalsin terbaik hasil reduksi selektif berukuran -200# disiapkan. Gambar 3.2 menunjukkan sampel nikel laterit yang digunakan.



Gambar 3.2 Kalsin Terbaik Nikel Laterit dari Hasil Reduksi Selektif

- b. Larutan garam disiapkan dengan cara *Monosodium Glutamate* (MSG) dilarutkan dengan air suling, lalu ditambahkan dengan natrium hidroksida (NaOH) 10 M dan hidrogen peroksida (H_2O_2) 1%.
- c. Kemudian, sampel kalsin nikel laterit dilarutkan ke dalam larutan garam tersebut dengan perbandingan rasio S/L, yaitu 1:8. Selanjutnya, dilakukan pelindian selama 2 jam dengan suhu $60^\circ C$ dan kecepatan pengadukan 250 rpm. Proses pelindian dilakukan 4 kali secara bertahap. Gambar 3.3 merupakan proses pelindian yang dilakukan.



Gambar 3.3 Pelindian dengan Reagen *Monosodium Glutamate*

- d. Tahap selanjutnya, yaitu filtrasi untuk memisahkan filtrat dan residu hasil pelindian. Gambar 3.4 merupakan proses filtrasi larutan hasil pelindian.



Gambar 3.4 Proses Filtrasi Larutan Hasil Pelindian

- e. Filtrat hasil pelindian yang telah difiltrasi dilakukan presipitasi Fe, yaitu proses pencampuran asam dengan basa untuk menghasilkan ion besi (Fe) terendapkan dari filtrat sebagai senyawa atau partikel padat. Proses presipitasi Fe dilakukan dengan penambahan H_2SO_4 hingga pH 4 setetes demi setetes. Setelah itu, sampel didiamkan hingga endapannya menurun ke dasar wadah atau *beaker*. Hasil presipitasi Fe berupa filtrat dan endapan yang merupakan residu Fe. Hasil filtrat berwarna bening, sedangkan hasil endapannya berwarna oranye atau jingga. Gambar 3.5 merupakan hasil proses presipitasi Fe menggunakan H_2SO_4 .



Gambar 3.5 Hasil Presipitasi Fe Menggunakan H_2SO_4

- f. Kemudian, filtrat hasil presipitasi Fe diambil menggunakan mikropipet sedikit demi sedikit agar endapannya tidak ikut terangkat dan dimasukkan ke dalam gelas *beaker* yang baru. Lalu, filtrat tersebut dilakukan presipitasi Ni yang bertujuan untuk mengendapkan nikel dari filtrat hasil presipitasi Fe menggunakan NaOH 10 M dan 1 M dengan cara yang sama seperti presipitasi Fe, yaitu larutan NaOH dimasukkan ke filtrat hasil presipitasi Fe setetes

demis setetes hingga terbentuk endapan yang konstan. Gambar 3.6 merupakan hasil presipitasi Ni menggunakan NaOH.



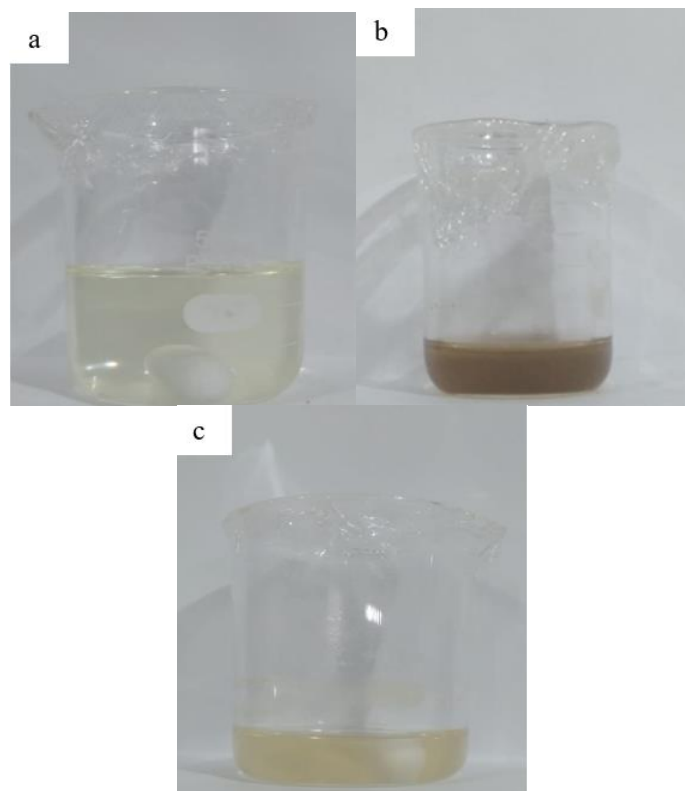
Gambar 3.6 Hasil Presipitasi Ni Menggunakan NaOH

g. Hasil presipitasi Ni berupa filtrat dan endapan nikel ini digunakan sebagai bahan utama dalam proses sintesis nanopartikel nikel. Hasil filtrat berwarna bening kehijauan, sedangkan hasil endapannya berwarna oranye kehijauan. Endapan Ni inilah yang dicari untuk produk akhir dikarenakan produk akhir dari sintesis nanopartikel nikel berupa padatan dengan ukuran nano maka proses

2. Sintesis Nanopartikel Nikel Menggunakan Metode Sol-Gel

a. Tahap optimasi I, yaitu sintesis nanopartikel nikel menggunakan metode sol-gel dalam variasi kondisi sintesis, yaitu asam, basa dan netral dari bahan utama, yaitu hasil presipitasi Ni berupa filtrat dan endapannya. Gelas *beaker* disiapkan 3 buah, kemudian masing-masing *beaker* diisi dengan larutan hasil presipitasi Ni (LHP) sebanyak 10 ml. *Beaker* I merupakan sintesis nanopartikel nikel dalam kondisi asam yang dilakukan dengan penambahan air suling hingga pH netral kemudian ditambahkan asam sitrat 0,5 M

menggunakan pipet tetes hingga pH 2. *Beaker* II merupakan sintesis nanopartikel nikel dalam kondisi basa yang tidak dilakukan penambahan larutan apapun. *Beaker* III merupakan sintesis nanopartikel nikel dalam kondisi netral yang dilakukan dengan penambahan air suling hingga pH netral. Ketiga *beaker* dilakukan sintesis menggunakan metode sol-gel dengan penambahan PEG, Triton, dan Etanol masing-masing sebanyak 4 ml, 0,4 ml, dan 4 ml, di *stirring* selama 24 jam dengan suhu 80°C dan kecepatan pengadukan 250 rpm. Gambar 3.7 adalah sampel kondisi asam, basa dan netral yang akan disintesis.

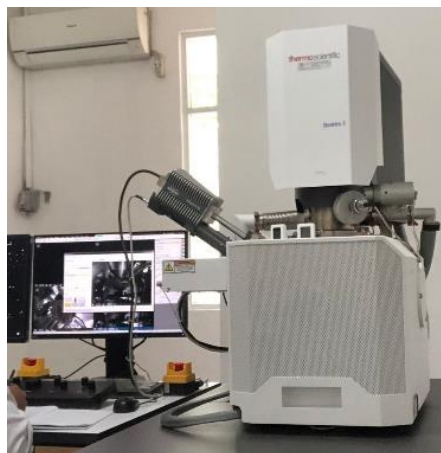


Gambar 3.7 Sintesis Nanopartikel Nikel Menggunakan Metode Sol-Gel Kondisi a.) Asam, b.) Basa, c.) Netral

b. Ketiga sampel hasil sintesis optimasi I dilakukan perlakuan

ultrasonik selama 3 jam dengan suhu 60°C. Kemudian, ketiga sampel di *centrifuge* dengan kecepatan putar 3000 rpm selama 5 menit dijadikan pH netral. Setelah itu, sampel dikeringkan dengan suhu 60°C. Selanjutnya, produk nanopartikel nikel hasil optimasi I yang sudah kering, dianalisis menggunakan SEM-EDS dengan standar ASTM 2809-13 dengan tujuan untuk menghasilkan gambar mikro struktur dan komposisi unsur kimia yang terdapat di dalam sampel.

- c. Mekanisme pengujian SEM-EDS yaitu sampel diletakkan pada *holder* sampel dengan *double tip carbon* yang ditempelkan ke sampel secara merata dan hanya sedikit saja, kemudian *holder* sampel diletakkan dalam instrumentasi SEM dan dilakukan analisis SEM-EDS dengan perbesaran 200.000x. Gambar 3.8 merupakan alat karakterisasi SEM-EDS.



Gambar 3.8 Alat Karakterisasi SEM-EDS

- d. Selain karakterisasi SEM-EDS, hasil sintesis optimasi I juga dilakukan analisis *Particle Size Analyzer* (PSA) dengan tujuan

untuk mengetahui distribusi ukuran partikel secara keseluruhan di dalam sampel menggunakan metode uji *Scattering Light Intensity*.

Gambar 3.9 menunjukkan alat pengujian PSA.



Gambar 3.9 Alat Pengujian PSA Pada Sampel

- e. Pada tahap optimasi II dilakukan sintesis nanopartikel nikel menggunakan metode sol-gel dalam kondisi sintesis terbaik optimasi I (kondisi basa) dengan variasi waktu 24, 48, dan 72 jam. Gelas *beaker* disiapkan 3 buah, kemudian masing-masing dari *beaker* diisi dengan larutan hasil presipitasi Ni (LHP) sebanyak 10 ml. *Beaker* I , II dan III masing-masing merupakan sintesis nanopartikel nikel dalam kondisi basa yang disintesis dengan waktu *stirring* selama 24, 48 dan 72 jam. Kedua *beaker* dilakukan sintesis sama seperti optimasi I menggunakan metode sol-gel dengan penambahan PEG, Triton, dan Etanol masing-masing sebanyak 4 ml, 0,4 ml, dan 4 ml, di-*stirring* sesuai variasi waktu yang ditetapkan, yaitu 24, 48 dan 72 jam dengan suhu 80°C dan kecepatan pengadukan 250 rpm. Selanjutnya, ketiga sampel yang telah disintesis dilakukan perlakuan ultrasonik selama 3 jam dengan

- suhu 60°C. Kemudian, ketiga sampel di-*centrifuge* dengan kecepatan putar 3000 rpm selama 5 menit dijadikan pH netral. Setelah itu, dilakukan proses pengeringan dengan suhu 60°C.
- f. Selanjutnya, produk nanopartikel nikel hasil optimasi II dianalisis menggunakan SEM-EDS dan PSA.
 - g. Pada tahap optimasi III dilakukan sintesis nanopartikel nikel menggunakan metode sol-gel dalam kondisi sintesis terbaik optimasi I (kondisi basa) dan waktu *stirring* terbaik optimasi II (48 jam) dengan variasi perlakuan ultrasonik dan tanpa perlakuan ultrasonik. Gelas *beaker* diisi dengan larutan hasil presipitasi Ni (LHP) sebanyak 10 ml. Kemudian, dilakukan sintesis sampel seperti optimasi I dan II menggunakan metode sol-gel dengan penambahan PEG, Triton, dan Etanol masing-masing sebanyak 4 ml, 0,4 ml, dan 4 ml, di *stirring* selama 48 jam dengan suhu 80°C dan kecepatan pengadukan 250 rpm. Selanjutnya, sampel yang telah disintesis selama 48 jam langsung ke tahap *centrifuge* dengan kecepatan putar 3000 rpm selama 5 menit dijadikan pH netral. Setelah itu, dilakukan proses pengeringan dengan suhu 60°C.
 - h. Selanjutnya, produk nanopartikel nikel hasil optimasi III dianalisis menggunakan SEM-EDS dan PSA kembali dengan cara yang sama seperti pengujian optimasi I dan II.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

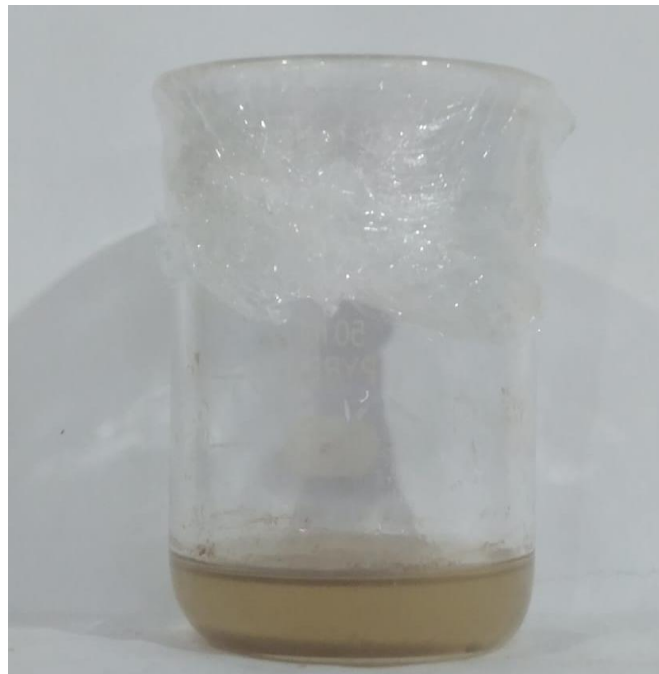
Penelitian mengenai sintesis nanopartikel nikel dari larutan hasil presipitasi Fe, Co, Ni telah dilakukan dengan variabel-variabel yang ditentukan. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kondisi dan waktu yang optimal serta melihat pengaruh perlakuan ultrasonik dalam proses sintesis nanopartikel nikel menggunakan metode sol-gel dengan harapan dapat menghasilkan produk nanopartikel nikel yang memiliki kemurnian tinggi dan ukuran partikel yang paling kecil.

4.1 Preparasi dan Karakterisasi Sampel Nikel Laterit

Sampel nikel laterit yang digunakan pada penelitian ini berasal dari Kabupaten Konawe, Sulawesi Tenggara. Sampel nikel laterit yang akan dilakukan proses sintesis nanopartikel nikel, dilakukan preparasi terlebih dahulu. Proses preparasi awal sampel sintesis nanopartikel diawali dengan tahap pertama, yaitu proses pelindian. Pelindian dilakukan dengan menggunakan reagen *Monosodium Glutamate* (MSG) 1 M dengan penambahan hidrogen peroksida (H_2O_2) 1% dan natrium hidroksida (NaOH) 10 M selama 2 jam, kecepatan pengadukan 250 rpm dengan suhu $60^\circ C$. Setelah proses pelindian, sampel dilakukan proses filtrasi menggunakan kertas saring. Selanjutnya, sampel dilakukan presipitasi Fe dengan menggunakan H_2SO_4 dengan tujuan untuk mengendapkan logam Fe.

Dilihat dari Persamaan 2.4, besi (Fe) bereaksi dengan asam sulfat (H_2SO_4) untuk membentuk besi(II) sulfat ($FeSO_4$) dan gas hidrogen (H_2). Dalam konteks

reaksi presipitasi, presipitasi besi terjadi saat besi(II) sulfat terbentuk sebagai padatan tidak larut atau sebagai endapan. Kemudian, hasil filtratnya diambil untuk dilakukan presipitasi Ni dengan menggunakan NaOH dengan tujuan untuk mengendapkan logam Ni, namun logam Co juga ikut mengendap. Hal ini dikarenakan logam Co dan Ni memiliki potensial reduksi standar yang hampir sama, masing-masing yaitu $-0,28\text{ V}$ dan $-0,25\text{ V}$, karena keduanya terletak berdekatan dalam deret volta, sehingga ketika larutan yang mengandung nikel (Ni) dan kobalt (Co) direaksikan dengan natrium hidroksida (NaOH), kedua logam tersebut cenderung membentuk hidroksida yang serupa, masing-masing yaitu hidroksida nikel ($\text{Ni}(\text{OH})_2$) dan hidroksida kobalt ($\text{Co}(\text{OH})_2$) dapat dilihat pada Persamaan 2.5 dan 2.6. Gambar 4.1 menunjukkan larutan hasil dari proses presipitasi Ni.



Gambar 4.1 Sampel Nikel Laterit Setelah Preparasi Awal

Gambar 4.1 merupakan larutan hasil presipitasi Ni yang dijadikan sebagai

prekursor dalam sintesis nanopartikel nikel menggunakan metode sol-gel. Larutan hasil presipitasi Ni tersebut terdiri dari filtrat dan residu nikel. Presipitat Ni(OH)₂ yang terbentuk akan mengendap sebagai padatan berwarna hijau. Tujuan preparasi awal sampel nikel laterit ialah untuk mendapatkan endapan logam nikel untuk produk akhir sintesis dalam ukuran nano. Sampel awal yang akan dilakukan proses sintesis yaitu hasil dari proses presipitasi Ni atau dinamakan larutan hasil presipitasi Fe, Co, Ni.

Hasil analisa terhadap larutan hasil presipitasi Fe, Co, Ni dapat dilihat pada Tabel 2.1 yang berasal dari laporan akhir disertasi (Bahfie, F., 2023). Pada Tabel 2.1 ditunjukkan nilai kadar Fe, Co, dan Ni pada pH 4 dan 14 dari larutan hasil presipitasi Fe, Co, Ni. Pada pH 4, setelah proses presipitasi Fe, terdeteksi adanya kandungan Ni dan Co di dalam larutan hasil presipitasi Fe, masing-masing kadarnya sebesar 14,565 ppm dan 0,3327 ppm. Sementara, logam Fe tidak terdeteksi pada larutan, karena sudah berubah menjadi endapan. Pada pH 14, setelah proses presipitasi Ni, hanya kandungan Co yang terdeteksi di dalam larutan hasil presipitasi Ni meskipun sangat sedikit, yaitu kadarnya hanya 0,0894 ppm. Logam Ni dan Fe sudah tidak terdeteksi di larutan, karena sudah menjadi endapan.

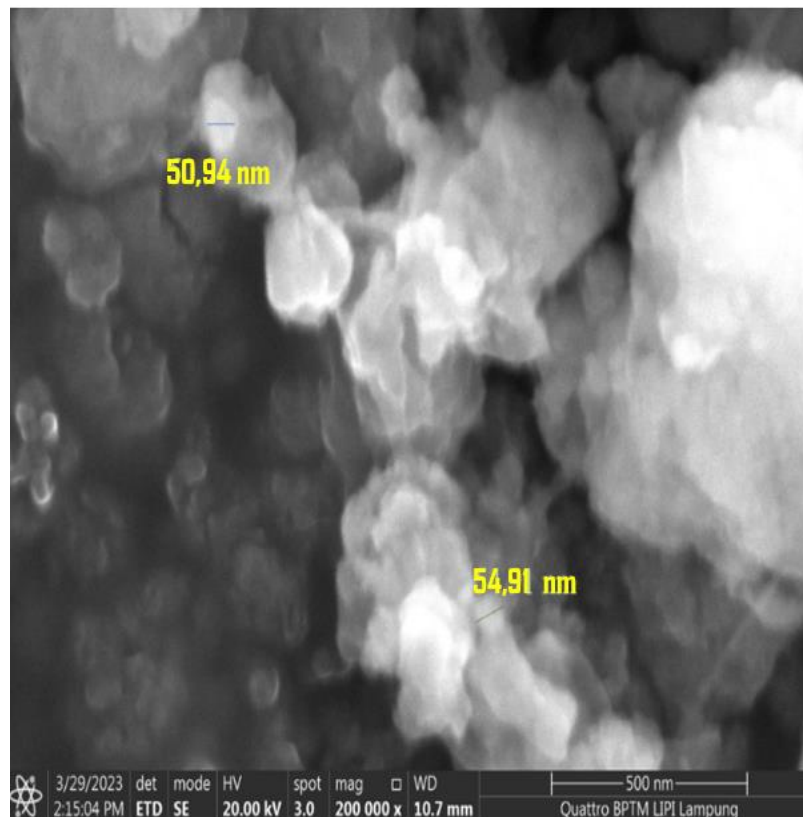
4.2 Pengaruh Variasi Kondisi Sintesis (Asam, Basa, dan Netral) Terhadap Kadar dan Ukuran Partikel Nanopartikel Nikel

Sintesis nanopartikel nikel dari larutan hasil presipitasi Fe, Co, Ni dengan metode sol-gel dengan penambahan surfaktan, yaitu *polyethylene glycol* (PEG) dan triton X-100, serta etanol yang dijadikan sebagai pelarut dengan perbandingan PEG : triton : etanol, yaitu 1 : 0,1 : 1, waktu *stirring* selama 24 jam, suhu 80°C,

kecepatan pengadukan 250 rpm, dengan variasi 3 kondisi, yaitu asam, basa, dan netral, serta penambahan perlakuan ultrasonik telah dilakukan. Ketiga sampel tersebut merupakan sintesis optimasi I yang dilihat berdasarkan perbedaan kondisi sintesis, yaitu asam, basa dan netral. Ketiga hasil sintesis nanopartikel dilakukan pengujian SEM-EDS dan PSA. Namun, sampel yang dapat dilakukan pengujian hanya sintesis kondisi basa dari ketiga kondisi tersebut.

Hasil sintesis kondisi asam dan netral tidak dilakukan pengujian SEM-EDS dan PSA dikarenakan pada sampel sintesis kondisi asam saat proses menurunkan pH dari larutan presipitasi Fe, Co, Ni pH 14 ke pH 3, endapan nikel menghilang atau kembali larut dengan pelarut, sedangkan pada sampel sintesis kondisi netral hasilnya sulit kering dikarenakan berbentuk gel. Hal tersebut menunjukkan bahwa pada penelitian ini adanya pengaruh kondisi sintesis dalam proses sintesis nanopartikel nikel dilihat dari perbedaan antara kondisi sampel awal dengan kondisi saat proses sintesis.

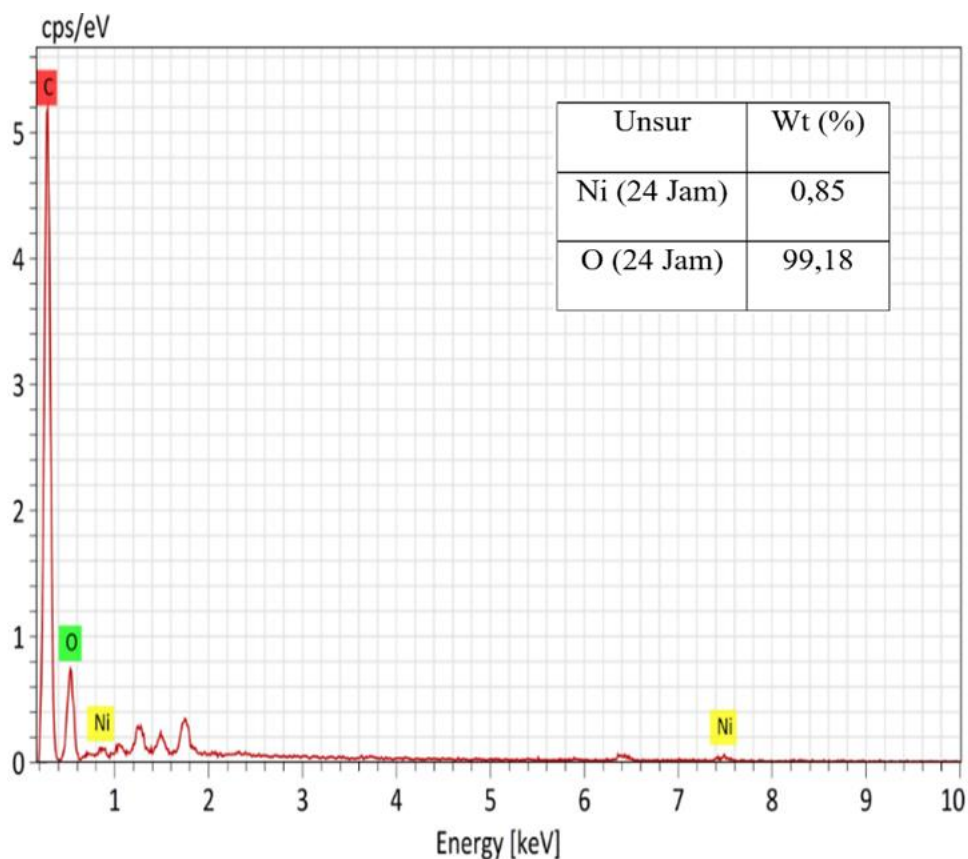
Kondisi asam dan netral tidak cocok apabila dilakukan proses sintesis dikarenakan kondisi sampel awal yang digunakan, yaitu larutan hasil presipitasi Fe, Co, Ni bersifat basa kuat dengan pH 14 sehingga apabila pH tersebut diturunkan ke pH 3 dengan menggunakan asam sitrat yang merupakan asam lemah menjadikan larutan yang diperoleh semakin banyak dan endapan menjadi menghilang. Oleh karena itu, proses sintesis menjadi tidak efektif. Gambar 4.2 menunjukkan data hasil sintesis nanopartikel nikel berdasarkan analisis SEM kondisi basa dengan waktu *stirring* 24 jam.



Gambar 4.2 Hasil SEM Nanopartikel Nikel Sintesis Basa 24 Jam

Gambar 4.2 merupakan hasil karakterisasi SEM produk nanopartikel nikel sintesis optimasi I kondisi basa selama 24 jam dan penambahan perlakuan ultrasonik. Pada gambar tersebut menunjukkan bentuk dan ukuran partikel dari produk akhir. Bentuk permukaan produk nanopartikel nikel yang dihasilkan memiliki bentuk bulat relatif lebih halus dan lebih terang, karena logam nikel memiliki sifat fotolitik yang merupakan kemampuan nikel untuk berinteraksi dengan cahaya. Terlihat juga pada partikel tersebut sangat sedikit yang mengalami aglomerasi. Partikel yang berbentuk bulat ini tentu memiliki keunggulan, seperti kemampuan dispersi yang baik, luas permukaan yang tinggi, stabilitas mekanik yang baik, dan respons optik yang homogen. Bentuk yang didapatkan pada Gambar 4.2 memiliki bentuk yang sama dengan penelitian yang dilakukan oleh

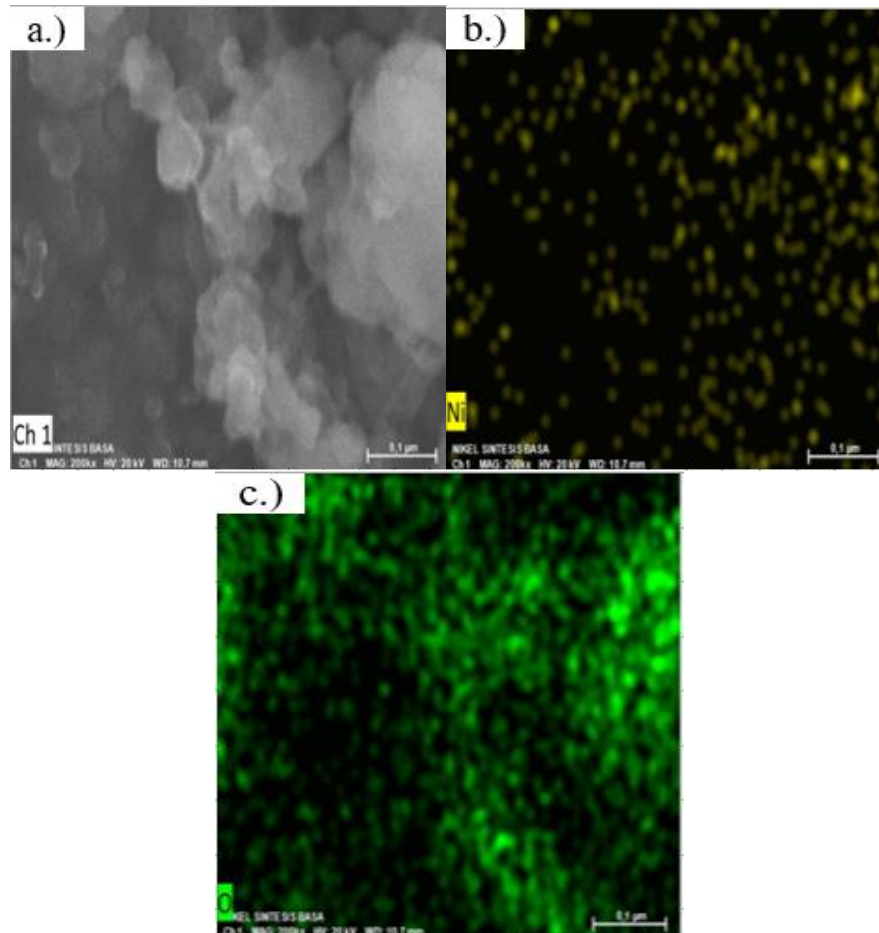
(Zorkipli, 2016), yaitu berbentuk bulat. Adapun bahan baku dan metode yang digunakan adalah nikel oksida nanopartikel dan sintesis metode sol-gel. Kemudian, ukuran partikel yang dihasilkan dari sintesis nanopartikel nikel kondisi basa 24 jam, berkisar 50-60 nm. Ukuran partikel tersebut menandakan sudah benar produk yang dihasilkan berukuran nano. Gambar 4.3 menunjukkan data hasil analisis EDS dari produk nanopartikel nikel kondisi basa selama 24 jam.



Gambar 4.3 EDS dari Nanopartikel Nikel Sintesis Kondisi Basa 24 Jam

Gambar 4.3 merupakan hasil analisis EDS yang dapat mengetahui kandungan yang ada di dalam sampel. Sesuai Gambar 4.3 diketahui bahwa adanya kandungan nikel pada sampel hasil sintesis nanopartikel menggunakan metode sol-gel dalam kondisi basa dengan waktu *stirring* selama 24 jam dan penambahan

perlakuan ultrasonik. Kandungan nikel dan oksigen yang diperoleh dalam sampel masing-masing sebesar 0,85% dan 99,18%. Gambar 4.4 yang merupakan persebaran logam nikel dengan perbesaran 200.000x untuk mengetahui morfologi permukaan yang terbentuk.



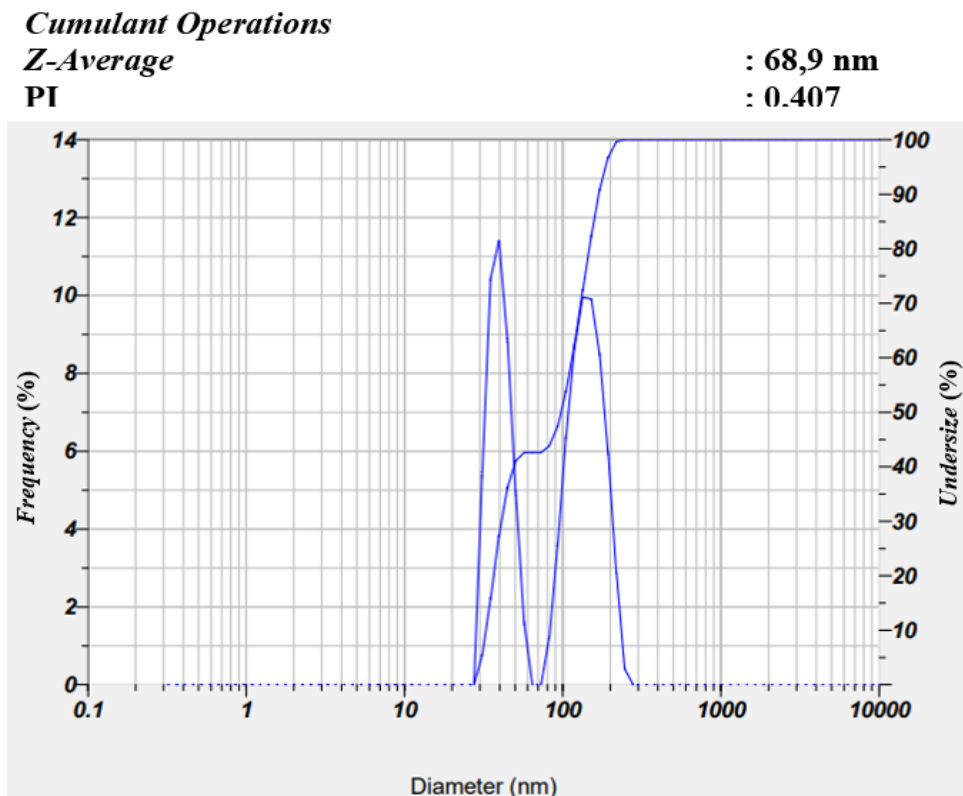
Gambar 4.4 Hasil Data EDS a) Morfologi Nanopartikel Ni, b) Persebaran Ni, dan c) Persebaran O

Gambar 4.4 merupakan hasil EDS sintesis nanopartikel nikel dalam kondisi basa dengan waktu *stirring* 24 jam dan penambahan perlakuan ultrasonik. Persebaran logam nikel pada sampel produk cukup baik karena menyebar rata, akan tetapi kadar Ni yang terkandung dalam sampel produk sangat sedikit, yaitu hanya sebesar 8,2577%. Hal ini dikarenakan logam nikel belum bereaksi dengan

partikel lain. Waktu *stirring* yang lebih lama diperlukan agar nikel bereaksi dan meningkatkan reaksi kimia, yang dapat menghasilkan konsentrasi nikel yang lebih diinginkan (Mirjailili, 2011). Tabel 4.1 dan Gambar 4.5 merupakan hasil sintesis nanopartikel nikel secara kualitatif ataupun kuantitatif menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA).

Tabel 4.1 Data Pengujian *Particle Size Analyzer* (PSA) Sintesis Basa

S.P Area				
<i>Peak</i>	<i>Ratio</i>	<i>Mean</i>	<i>S.D</i>	<i>Mode</i>
1	0,43	38,0 nm	6,3 nm	36,9 nm
2	0,57	136,1 nm	33,2 nm	127,2 nm
3	-	-	-	-
Total	1,00	94,3 nm	54,8 nm	36,9 nm

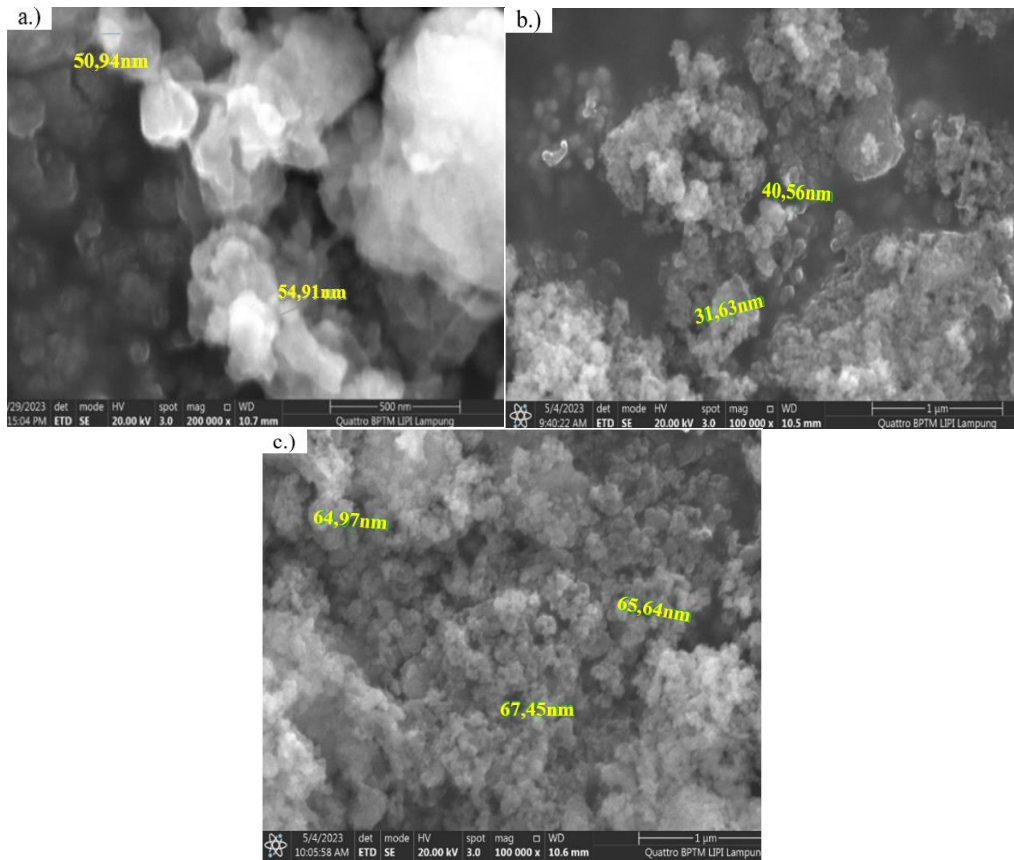


Gambar 4.5 Grafik PSA dari Nanopartikel Nikel Sintesis Kondisi Basa 24 Jam

Tabel 4.1 dan Gambar 4.5 merupakan hasil analisis PSA yang menunjukkan distribusi ukuran partikel secara keseluruhan di dalam sampel sintesis optimasi I menggunakan metode uji *Scattering Light Intensity*. Tabel 4.1 ditunjukkan rasio penyebaran ukuran partikel nikel pada sampel optimasi I berdasarkan setiap puncak frekuensinya. Gambar 4.5 ditunjukkan grafik analisa PSA yang menjelaskan bahwa sintesis nanopartikel nikel dalam kondisi basa dari larutan presipitasi Fe, Co, Ni dengan metode sol-gel, waktu *stirring* 24 jam dan penambahan ultrasonik memiliki rata-rata ukuran nanopartikel nikel secara keseluruhan sebesar 68,9 nm. Hal ini sesuai dengan teori, bahwa suatu bahan dapat tergolong sebagai nanopartikel apabila memiliki ukuran partikel sebesar 1-100 nm (Adamo, Giorgia, 2017). Oleh karena itu, kondisi sintesis yang optimal untuk proses sintesis nanopartikel optimasi I dari larutan hasil presipitasi Fe, Co, Ni dengan metode so-gel yaitu kondisi basa.

4.3 Pengaruh Waktu *Stirring* Sintesis Terhadap Kadar dan Ukuran Partikel Nanopartikel Nikel

Selain adanya pengaruh variasi kondisi, yaitu asam, basa dan netral, dalam proses sintesis nanopartikel nikel juga terdapat pengaruh waktu *stirring* terhadap hasil sintesis nanopartikel nikel yang dilihat berdasarkan morfologi, kadar dan ukuran partikel. Sintesis optimasi II dilakukan dengan parameter bahan yang digunakan sama dengan parameter bahan pada sintesis optimasi I, namun pada sintesis optimasi II menggunakan kondisi sintesis yang optimal dari hasil analisis optimasi I (kondisi basa) dengan variasi waktu *stirring*, yaitu 24, 48 dan 72 jam. Gambar 4.6 menunjukkan hasil analisis SEM pada produk nanopartikel nikel dengan variasi waktu *stirring* 24, 48, dan 72 jam.



Gambar 4.6 Hasil SEM Nanopartikel Nikel Sintesis Kondisi Optimal a.) 24 Jam, b.) 48 Jam, dan c.) 72 Jam

Dapat dilihat berdasarkan Gambar 4.6 bahwa waktu *stirring* dalam proses sintesis memiliki pengaruh terhadap ukuran partikel dan kadar nikel yang terkandung di dalam sampel. Dapat dilihat pada Gambar 4.6, produk nanopartikel nikel dari ketiga variasi waktu *stirring* memiliki bentuk partikel yang sama, yaitu berbentuk bulat, lalu untuk ukuran partikel dengan waktu *stirring* selama 48 jam menghasilkan ukuran partikel yang paling kecil, yaitu 35-41 nm, sedangkan dengan waktu *stirring* selama 72 jam menghasilkan ukuran partikel yang paling besar yaitu 64-68 nm. Hal ini dikarenakan pada sintesis 72 jam terjadi aglomerasi dan mengendapnya partikel didasar wadah saat proses berlangsung, sehingga reaksi antar partikel menjadi tidak efektif dan menjadi tidak homogen. Gambar

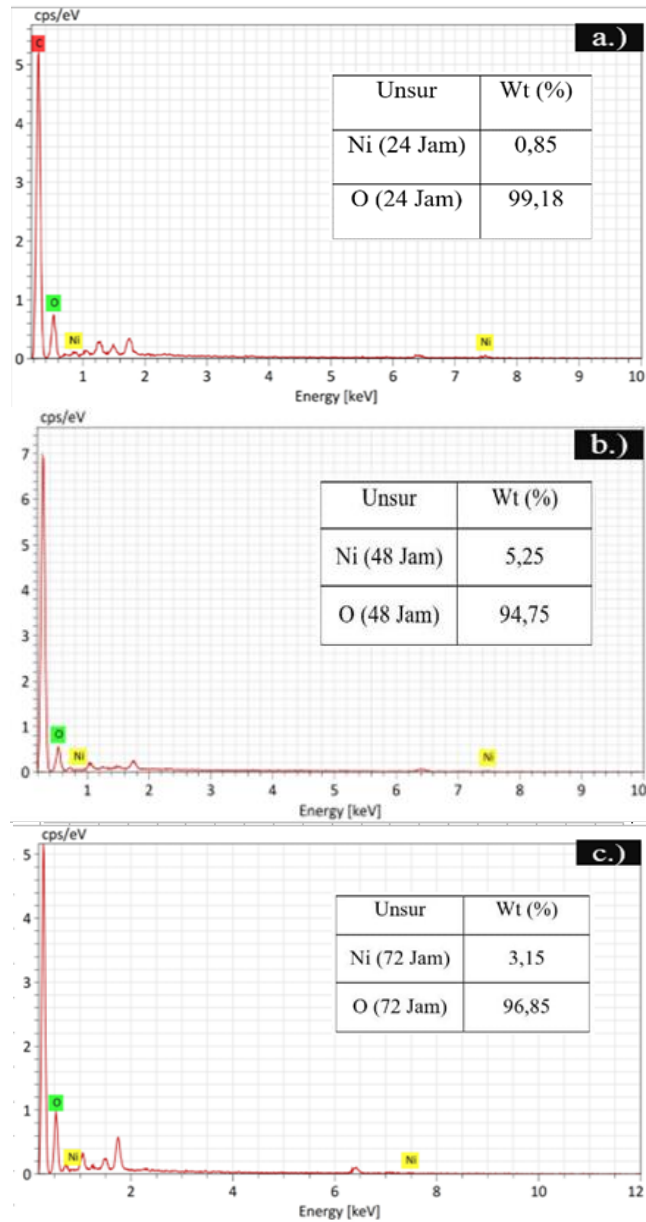
4.7 merupakan bentuk endapan nikel yang mengendap didasar wadah sintesis dengan waktu *stirring* 72 jam.



Gambar 4.7 Endapan Ni yang Mengendap Pada Dasar Wadah Saat Proses Sintesis 72 Jam Berlangsung

Hal ini sesuai dengan literatur yang dijadikan sebagai referensi utama, membahas mengenai pengaruh waktu *stirring* 24, 36, 48 dan 60 jam dalam proses sintesis serbuk ultra halus $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ dengan metode sol-gel yang menjelaskan bahwa waktu *stirring* yang berbeda dapat mempengaruhi ukuran dan bentuk partikel serta tingkat agregasi. Pada penelitian tersebut juga menjelaskan bahwa semakin lama waktu *stirring*, ukuran partikel menjadi berkurang, tetapi terjadi aglomerasi pada sampel dengan waktu *stirring* 60 jam, kemudian didapatkan ukuran partikel terbaik diperoleh pada waktu *stirring* 48 jam (Mirjailili, 2011). Hasil SEM menunjukkan waktu *stirring* yang optimal untuk proses sintesis pada penelitian ini ialah 48 jam. Adapun hasil analisis lain yang mendukung hasil SEM ini, yaitu dengan hasil EDS yang menunjukkan persen kadar konsentrat nikel yang terkandung dalam produk nanopartikel nikel. Gambar 4.8 yang menunjukkan perbandingan hasil EDS dari nanopartikel nikel sintesis kondisi basa dengan

waktu *stirring* 24, 48, dan 72 jam.



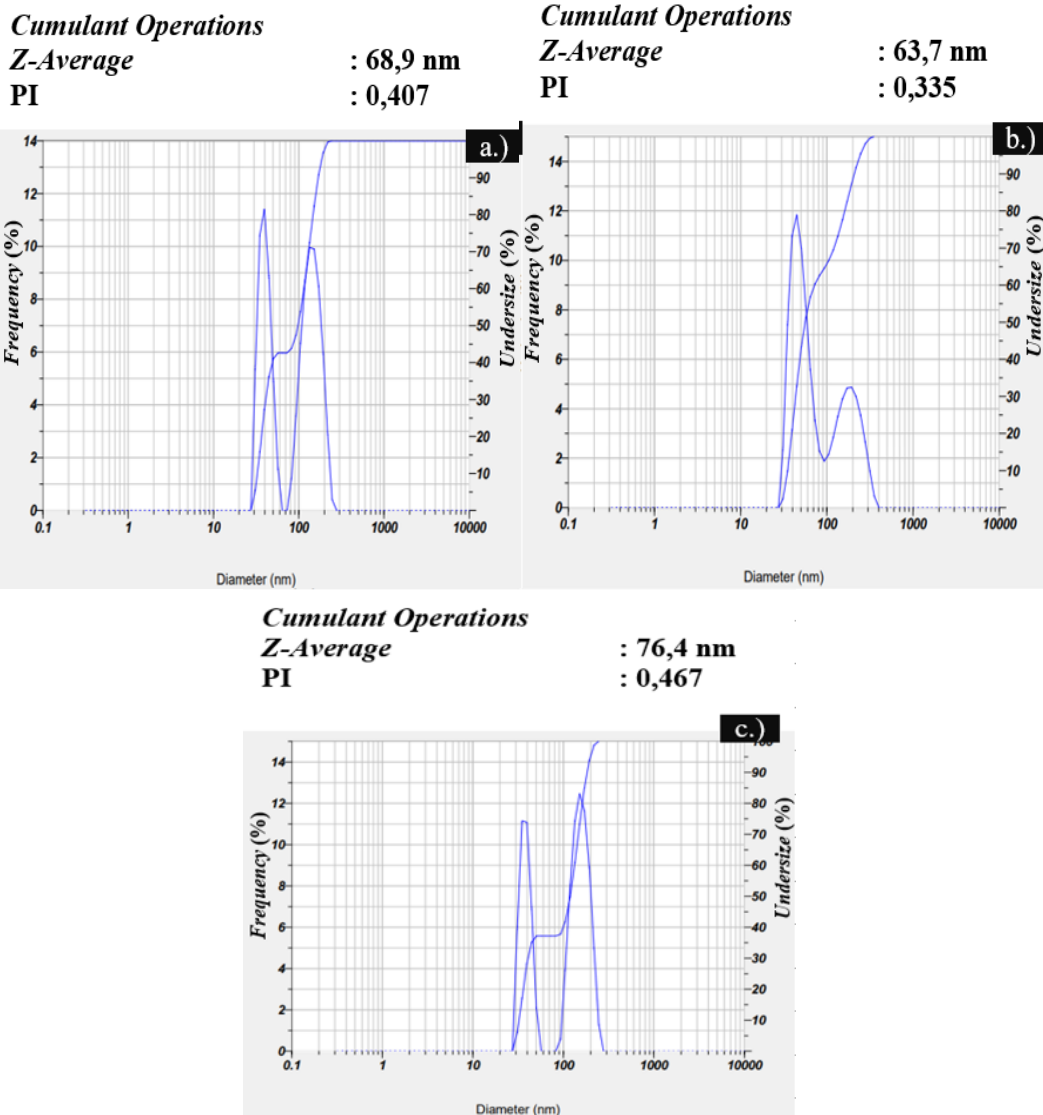
Gambar 4.8 EDS Nanopartikel Nikel Sintesis Kondisi Basa a.) 24 Jam, b.) 48 Jam, c.) 72 Jam

Gambar 4.8 merupakan analisis EDS dari ketiga produk hasil sintesis nanopartikel nikel berdasarkan variasi waktu *stirring*. Pada Gambar 4.8 ditunjukkan adanya perbedaan persen kadar nikel dari ketiga sampel. Diantara sintesis dengan waktu *stirring* 24, 48 dan 72 jam, sintesis dengan waktu *stirring*

48 jam menghasilkan kandungan nikel paling banyak, yaitu sebesar 5,25%. Sedangkan sintesis dengan waktu *stirring* 24 jam menghasilkan kandungan nikel paling sedikit, yaitu hanya sebesar 0,85%. Sintesis dengan waktu *stirring* 48 jam memiliki waktu yang lebih lama untuk partikel Ni bereaksi dengan partikel lainnya. Dengan waktu *stirring* yang lebih lama membuat tumbukan antar partikel Ni bekerja lebih efektif, sehingga reaksi yang terjadi lebih homogen dan kandungan yang didapatkan pun banyak. Adapun pengujian lain yang mendukung hasil data SEM-EDS, yaitu pengujian PSA. Tabel 4.2 dan Gambar 4.9 menunjukkan hasil analisis PSA dari ketiga sampel variasi waktu *stirring*.

Tabel 4.2 Data Pengujian *Particle Size Analyzer* Sintesis Basa 24, 48, dan 72 Jam

Sintesis	Peak	S.P Area Ratio	Mean	S.D	Mode
24 Jam	1	0,43	38,0 nm	6,3 nm	36,9 nm
	2	0,57	136,1 nm	33,2 nm	127,2 nm
	3	-	-	-	-
	Total	1,00	94,3 nm	54,8 nm	36,9 nm
48 Jam	1	0,64	47,3 nm	12,9 nm	42,0 nm
	2	0,36	177,2 nm	56,0 nm	181,3 nm
	3	-	-	-	-
	Total	1,00	94,3 nm	71,7 nm	42,0 nm
72 Jam	1	0,37	36,1 nm	5,0 nm	33,9 nm
	2	0,63	148,3 nm	32,3 nm	142,9 nm
	3	-	-	-	-
	Total	1,00	106,7 nm	60,0 nm	142,9 nm



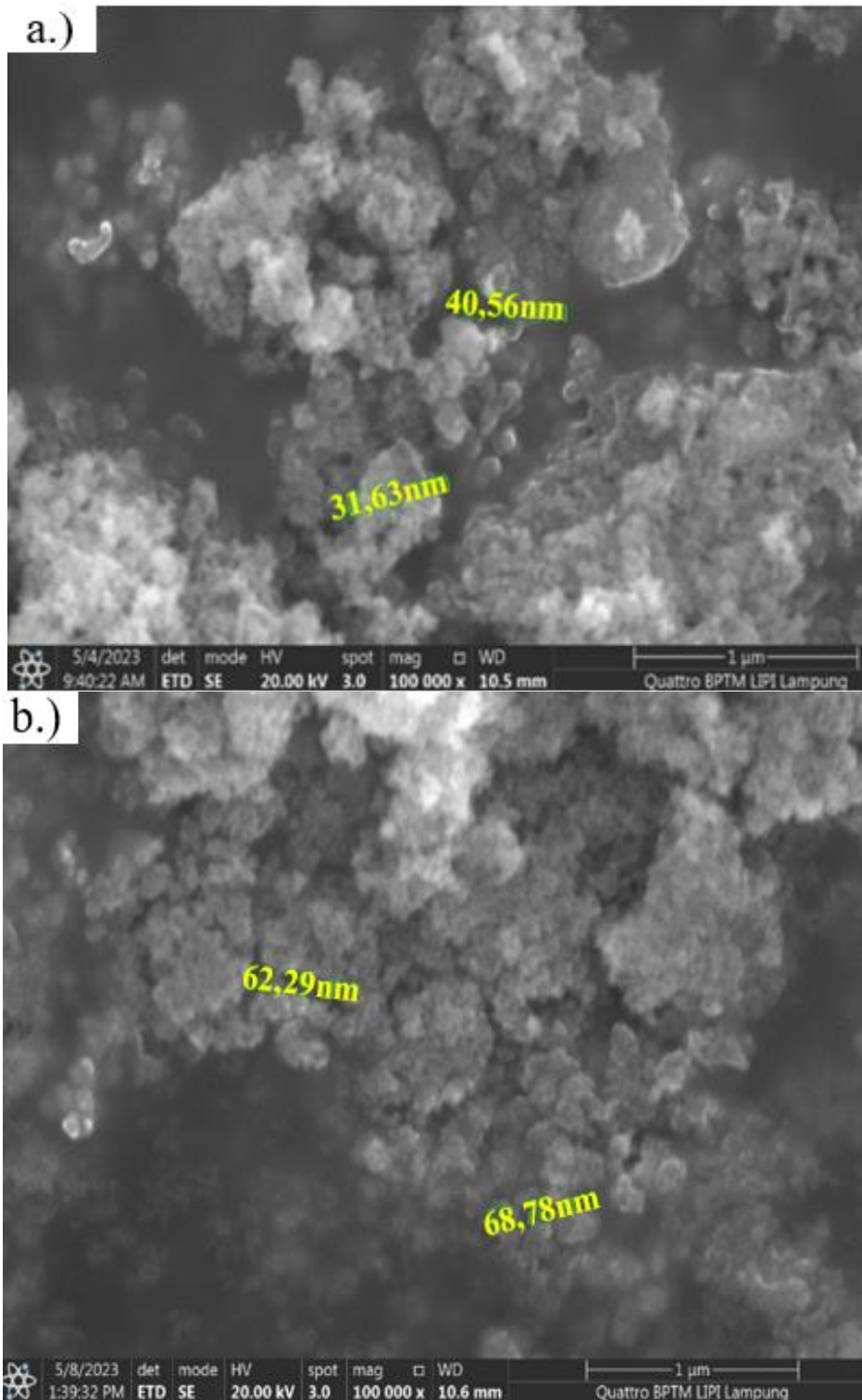
Gambar 4.9 Grafik PSA dari Nanopartikel Nikel Sintesis Kondisi Basa a.) 24 Jam, b.) 48 Jam, c.) 72 Jam

Tabel 4.2 menunjukkan data ukuran partikel yang tersebar pada setiap puncak frekuensi partikelnya. Gambar 4.9 merupakan grafik analisis PSA yang menunjukkan perbedaan distribusi ukuran partikel secara keseluruhan di dalam ketiga sampel optimasi II berdasarkan variasi waktu *stirring*. Perbedaan hasil analisis PSA terletak pada rata-rata ukuran partikel nikel yang tersebar pada sampel. Pada sampel optimasi II dengan waktu *stirring* 48 jam menghasilkan rata-

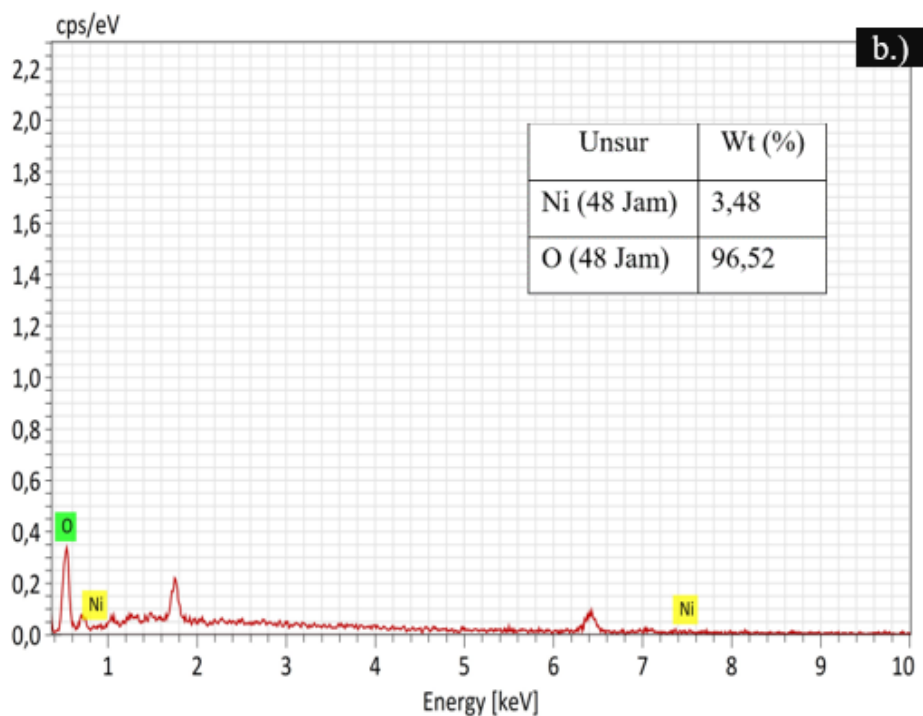
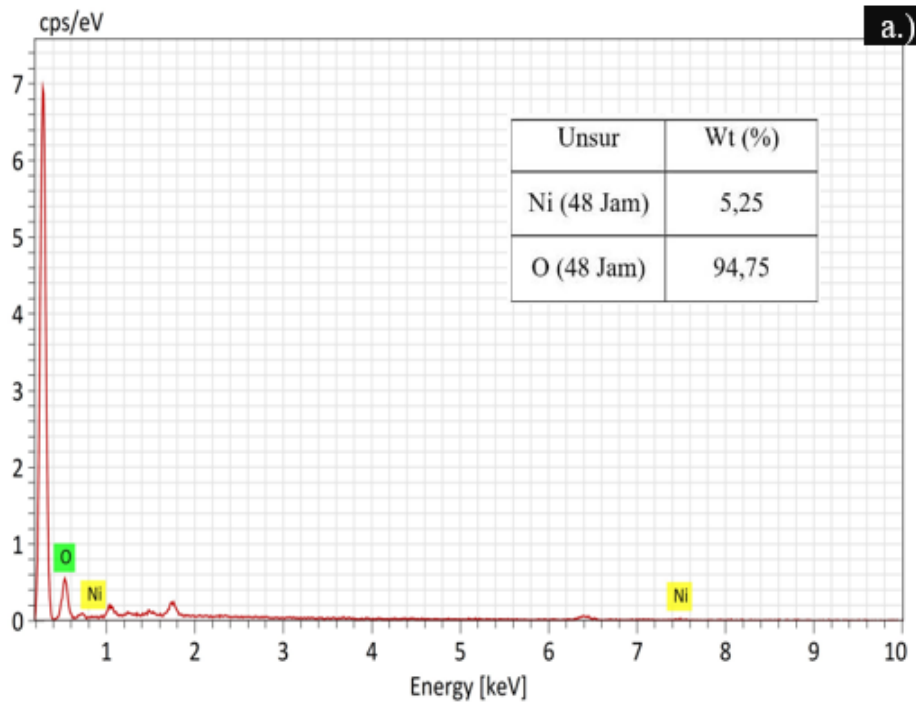
rata ukuran partikel yang paling kecil, yaitu 63,7 nm, sedangkan rata-rata ukuran partikel yang terbesar dihasilkan pada sampel dengan waktu *stirring* 72 jam. Hasil PSA sesuai dengan hasil SEM yang menunjukkan ukuran partikel dari nanopartikel nikel. Oleh karena itu, waktu yang optimal untuk waktu *stirring* pada proses sintesis nanopartikel nikel optimasi II dari larutan hasil presipitasi Fe, Co, Ni dengan metode so-gel yaitu 48 jam.

4.4 Pengaruh Perlakuan Ultrasonik Setelah Sintesis Terhadap Kadar dan Ukuran Partikel Nanopartikel Nikel

Dalam proses sintesis nanopartikel nikel optimasi III, terdapat pengaruh perlakuan ultrasonik terhadap kadar konsentrat nikel dan ukuran partikel nanopartikel nikel. Pengaruh ultrasonik disebabkan oleh getaran ultrasonik yang dapat mempercepat jalannya reaksi dan meningkatkan homogenitas campuran, terutama saat digunakan dalam proses campuran bahan kimia dan distribusi ukuran partikel pada produk akhir. Getaran ultrasonik membuat tumbukan antar partikel hingga ke inti partikel, sehingga menghindari partikel untuk mengalami aglomerasi. Tumbukan antar partikel berlangsung lama, dan bahkan ada partikel yang belum sempat bereaksi (Mahdavi, Reza, 2017). Oleh karena itu, apabila tidak ada perlakuan ultrasonik setelah proses sintesis, maka tidak ada bantuan untuk mempercepat reaksi dan partikel akan lebih cepat terjadi aglomerasi. Seperti pada Gambar 4.10 dan Gambar 4.11 yang menunjukkan hasil SEM-EDS dari sintesis nanopartikel nikel dengan kondisi optimal I, yaitu kondisi basa selama waktu 48 jam yang dilakukan perlakuan ultrasonik dan yang tidak dilakukan perlakuan ultrasonik.



Gambar 4.10 Hasil SEM yang Menunjukkan Morfologi dan Ukuran Partikel Nanopartikel Ni Sintesis Kondisi Basa 48 Jam a.) Dengan Ultrasonik, b.) Tanpa Ultrasonik



Gambar 4.11 EDS dari Nanopartikel Nikel Sintesis Kondisi Basa 48 Jam a.) Dengan Ultrasonik, b.) Tanpa Ultrasonik

Dapat dilihat berdasarkan Gambar 4.10 yang merupakan hasil SEM nanopartikel nikel sintesis kondisi optimal, yaitu kondisi basa dengan waktu

stirring 48 jam dengan penambahan perlakuan ultrasonik (a) dan tanpa penambahan perlakuan ultrasonik (b). Selain kondisi sintesis dan waktu yang menjadi pengaruh proses sintesis dalam penelitian ini, perlakuan ultrasonik juga memiliki pengaruh terhadap hasil akhir sintesis. Pada Gambar 4.10 ditunjukkan bahwa perlakuan ultrasonik dalam proses sintesis juga menjadi pengaruh terhadap ukuran partikel dan kadar nikel yang terkandung di dalam sampel. Dapat dilihat pada gambar, diantara kedua produk nanopartikel nikel tersebut, sintesis nanopartikel nikel dengan penambahan perlakuan ultrasonik memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan sintesis nanopartikel nikel tanpa perlakuan ultrasonik dengan masing-masing ukuran partikel antara lain: 31-40 nm dan 62-68 nm.

Hasil sintesis dengan penambahan ultrasonik pada penelitian ini, memiliki *range* ukuran partikel yang hampir mirip dengan hasil literatur utama, yaitu 20-30 nm yang juga menambahkan perlakuan ultrasonik selama 48 jam (Mirjailili, 2011). Hal ini dikarenakan, pada sintesis nanopartikel nikel tanpa perlakuan ultrasonik, proses tumbukan partikel nikel tidak sampai ke inti partikel. Akan tetapi, terjadi hanya tumbukan luar permukaan partikel saja, sehingga laju reaksi tidak meningkat dan cepat terjadinya aglomerasi yang membuat ukuran partikel tersebut meningkat (Mahdavi, Reza, 2017).

Kemudian, Gambar 4.11 merupakan analisis EDS dari kedua produk hasil sintesis nanopartikel nikel dari larutan hasil presipitasi Fe, Co, Ni menggunakan metode sol-gel dengan penambahan perlakuan ultrasonik dan tanpa perlakuan ultrasonik. Pada Gambar 4.11 ditunjukkan adanya perbedaan kadar nikel dari

kedua sampel. Diantara sintesis dengan penambahan perlakuan ultrasonik dan yang tanpa perlakuan ultrasonik, sintesis dengan penambahan perlakuan ultrasonik menghasilkan kandungan nikel paling banyak, dibandingkan dengan yang tanpa perlakuan ultrasonik. Persen kandungan nikel sintesis dengan ultrasonik dan tanpa ultrasonik, masing-masing sampel ialah sebesar 5,25% dan 3,48%. Hal ini disebabkan oleh pengaruh laju reaksi, dengan penambahan perlakuan ultrasonik, dapat membantu partikel nikel untuk bereaksi lebih cepat dan lebih homogen, sehingga laju reaksi meningkat dan dapat menghasilkan kandungan nikel yang lebih banyak (Li, Zoushuang, et al., 2022). Adapun pengujian lain yang mendukung hasil data SEM-EDS pada Gambar 4.10 dan Gambar 4.11, yaitu pengujian PSA. Tabel 4.3 dan Gambar 4.12 menunjukkan hasil analisis PSA dari kedua sampel, yaitu dengan perlakuan ultrasonik dan tanpa perlakuan ultrasonik.

Tabel 4.3 Data Pengujian *Particle Size Analyzer* (PSA) Sintesis Basa 48 Jam Dengan Ultrasonik dan Tanpa Ultrasonik

Sintesis	Peak	S.P Area Ratio	Mean	S.D	Mode
Dengan Ultrasonik	1	0,64	47,3 nm	12,9 nm	42,0 nm
	2	0,36	177,2 nm	56,0 nm	181,3 nm
	3	-	-	-	-
	Total	1,00	94,3 nm	71,7 nm	42,0 nm
Tanpa Ultrasonik	1	0,45	36,3 nm	5,3 nm	33,8 nm
	2	0,55	141,5 nm	30,0 nm	142,1 nm
	3	-	-	-	-
	Total	1,00	94,3 nm	57,0 nm	33,8 nm

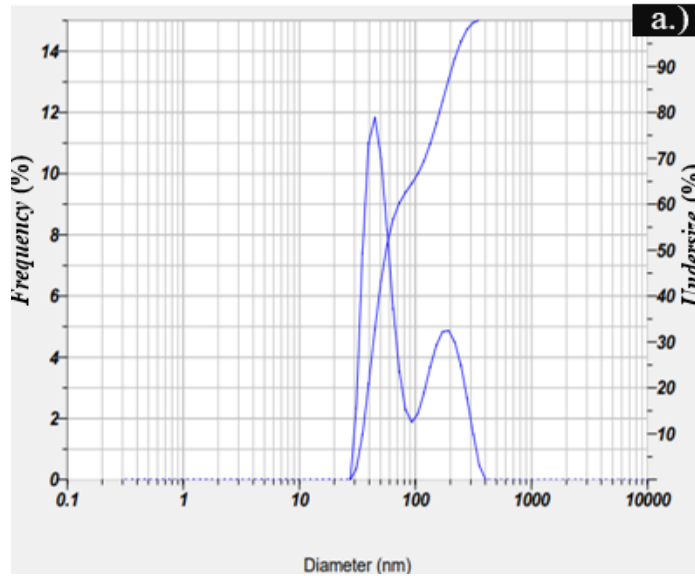
Cumulant Operations

Z-Average

: 63,7 nm

PI

: 0,335



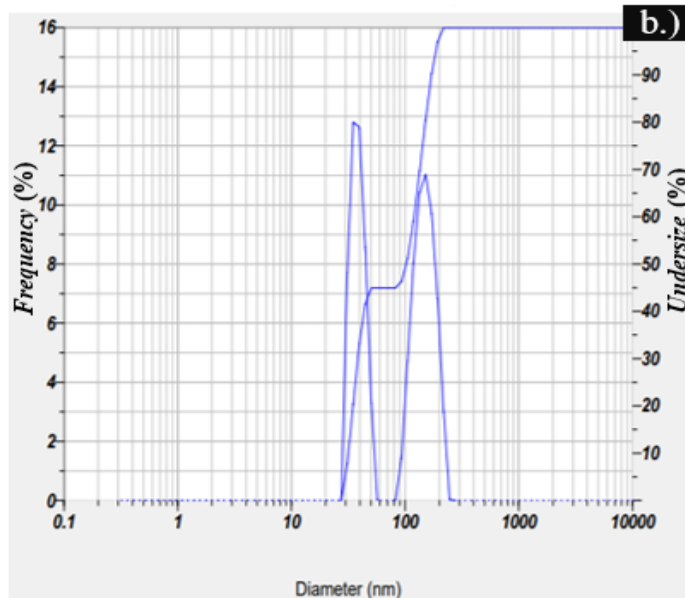
Cumulant Operations

Z-Average

: 67,2 nm

PI

: 0,427



Gambar 4.12 Grafik PSA dari Nanopartikel Nikel Sintesis Kondisi Basa 48 Jam
a.) Dengan Ultrasonik, b.) Tanpa Ultrasonik

Tabel 4.3 merupakan data ukuran partikel yang tersebar pada setiap puncak frekuensi partikelnya. Gambar 4.12 merupakan grafik hasil dari analisis

PSA yang menunjukkan perbedaan distribusi ukuran partikel secara keseluruhan di dalam kedua sampel dengan penambahan perlakuan ultrasonik dan tanpa penambahan perlakuan ultrasonik. Perbedaan analisis PSA terletak pada rata-rata ukuran partikel nikel yang tersebar pada sampel. Pada sampel kondisi optimal (basa) dan waktu *stirring* optimal (48 jam) dengan penambahan perlakuan ultrasonik menghasilkan rata-rata ukuran partikel yang paling kecil, yaitu 63,7 nm, sedangkan rata-rata ukuran partikel pada sampel tanpa perlakuan ultrasonik yaitu 67,2 nm. Oleh karena itu, penambahan perlakuan ultrasonik pada proses sintesis nanopartikel nikel dari larutan hasil presipitasi Fe, Co, Ni dengan metode sol-gel lebih optimal dilakukan dibandingkan dengan yang tidak dilakukan perlakuan ultrasonik. Adapun penelitian lain yang mendukung bahwa dengan penambahan ultrasonik lebih bagus hasilnya dibandingkan dengan yang tanpa penambahan ultrasonik, yaitu pada penelitian Reza Mahdavi, 2017 yang menjelaskan bahwa nanopartikel logam yang telah disintesis dengan metode sol-gel pada suhu rendah dan tanpa bahan pelapis dan penstabil, ditemukan bahwa radiasi ultrasonik dapat meningkatkan struktur, morfologi, dan kinerja fotokatalitik nanopartikel (Mahdavi, Reza, 2017).

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang dapat ditarik pada penelitian proses sintesis nanopartikel nikel dari larutan hasil presipitasi Fe, Co, Ni dengan metode sol-gel ini adalah sebagai berikut.

1. Proses sintesis dipengaruhi oleh kondisi larutan awal yang dijadikan sebagai prekursor. Prekursor yang digunakan dalam penelitian ini yaitu larutan hasil presipitasi Fe, Co, Ni bersifat basa. Kondisi sintesis yang sesuai dengan kondisi awal prekursor akan menghasilkan produk nanopartikel yang baik. Oleh karena itu, kondisi sintesis yang optimal didapatkan pada penelitian ini yaitu kondisi basa.
2. a.) Waktu *stirring* memiliki pengaruh terhadap ukuran partikel dan kandungan nikel yang diperoleh, yaitu semakin lama waktu *stirring* dapat mengurangi ukuran partikel dan meningkatkan kandungan nikel. Akan tetapi, waktu *stirring* yang terlalu lama juga tidak bagus, karena dapat mengendapkan partikel yang disintesis pada dasar wadah yang menyebabkan reaksi antar partikel menjadi tidak efektif dan tidak homogen, sehingga terjadinya aglomerasi yang membuat ukuran partikel bertambah dan sedikitnya kandungan nikel yang diperoleh. Oleh karena itu, waktu *stirring* harus dicari yang paling optimal disesuaikan dengan bahan dan metode yang digunakan. Waktu *stirring* yang optimal didapatkan pada penelitian ini yaitu selama 48 jam,

dengan hasil ukuran partikel berkisar 31-40 nm dan kemurnian nikel sebesar 5,25%.

b.) Perlakuan ultrasonik memiliki pengaruh dalam proses sintesis penelitian ini. Dengan adanya perlakuan ultrasonik, dapat mengecilkan ukuran partikel dan meningkatkan kandungan nikel dari produk nanopartikel nikel yang dihasilkan. Getaran ultrasonik membuat tumbukan antar partikel terjadi hingga ke inti partikel, sehingga menghindari partikel untuk mengalami aglomerasi lebih cepat. Oleh karena itu, apabila tidak ada perlakuan ultrasonik setelah proses sintesis, maka tidak ada bantuan untuk mempercepat reaksi dan partikel akan lebih cepat terjadi aglomerasi. Pada penelitian ini, ditunjukkan bahwa sintesis dengan penambahan perlakuan ultrasonik menghasilkan nanopartikel nikel dengan ukuran partikel, yaitu berkisar 31-40 nm dan kemurnian sebesar 5,25%.

5.2 Saran

Adapun saran untuk penelitian selanjutnya yaitu sebagai berikut.

1. Melakukan proses presipitasi dengan *agent* presipitasi yang berbeda, selain NaOH dan H₂SO₄, agar mengetahui *agent* presipitasi mana yang terbaik untuk proses presipitasi Ni.
2. Melakukan sintesis dengan surfaktan yang berbeda, selain *Polyethylene Glycol* dan Triton, agar dapat dibandingkan perbedaannya.
3. Melakukan benefisi pada sampel awal sebelum proses sintesis sehingga kadar nikelnya meningkat.

DAFTAR PUSTAKA

- Adamo, Giorgia, et al. (2017) *Functionalization Of Nanoparticles In Specific Targeting And Mechanism Release*. Italy: Elsevier.
- Akinsunmade, Ola (2022) 'Solid Liquid Extraction (Leaching)', *The Engineer's Perspective*. Available at: <https://www.theengineersperspectives.com/solid-liquid-extractions/>.
- Amanda, R. F. (2020) *Studi Karakteristik Mineralogi Dan Geokimia Endapan Bijih Nikel Laterit Sebagai Implikasi Dalam Pengolahan*. Universitas Hasanuddin.
- Andries, H. V. (2015) *Influence of polyethylene glycol inclusion on growth performance and serum biochemistry of growing pigs fed on Acacia tortilis leaf meal*. University of KwaZulu-Natal.
- Anugraini, A. et al. (2018) 'Pengaruh Waktu Sonikasi Terhadap Karakteristik Selulosa Asetat Hasil Sintesis Dari Sabut Pinang', *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, 7(3), pp. 18-26.
- Bahfie, F. et al. (2021) 'Tinjauan Teknologi Proses Ekstraksi Bijih Nikel Laterit: Review on Technology of Nickel Laterite Extraction'. *Jurnal Teknologi Mineral dan Batubara*, 17(3), pp. 135-152.
- Bahfie, F. (2023) *Pemurnian Nikel dari Laterit dengan Metode Piro-Hidrometalurgi Menjadi Nikel Nanopartikel*. Universitas Indonesia.
- Bokov, D., et al. (2021) 'Nanomaterial by Sol-Gel Method: Synthesis and Application', *Advances in Materials Science and Engineering*, 21 pages. <https://doi.org/10.1155/2021/5102014>.
- Boudiaf, M., et al. (2021) 'Green Synthesis Of Nio Nanoparticles Using Nigella Sativa Extract And Their Enhanced Electro-Catalytic Activity For The 4-Nitrophenol Degradation', *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. <https://doi.org/10.1016/j.jpms.2021.110020>.

- Dahman, Y., *et al.* (2017) 'Nanopolymers', *Nanotechnology and Functional Materials for Engineers*. <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-323-51256-5.00006-X121>.
- Deen, J. *et al.* (2020) 'Advanced Functional Nanoparticles Technology: From Synthesis to Applications', *Nanotechnology Reviews*. <https://doi.org/10.1515/ntrev-2020-0109>.
- Elma, M. (2018) *Proses Sol-Gel: Analisis, Fundamental Dan Aplikasi*. Penerbit: Universitas Lambung Mangkurat.
- Fajaroh, F. (2018) 'Sintesis Nanopartikel dengan Prinsip Kimia Hijau', *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pembelajarannya (SNKP)*. Malang.
- Famia, A. M., dan Muldarisnur. (2019) 'Pengaruh Temperatur Sintesis Hidrotermal Terhadap Diameter Nanopartikel Seng Oksida', *Jurnal Fisika*, 8(2).
- Fan, Xiangxiang, *et al.* (2013) 'Factors Research on The Influence of Leaching Rate of Nickel and Cobalt from Waste Superalloys with Sulfuric Acid', *International Journal of Nonferrous Metallurgy*, 2, pp. 63-67. <http://dx.doi.org/10.4236/ijnm.2013.22008>.
- Faradis, R. (2017) *Sintesis dan Karakterisasi Material Fotokatalis Seng Oksida (ZnO) menggunakan Metode Sonikasi untuk Degradasi Metilen Biru*. Universitas Islam Negeri Malang.
- Fidiani, E. (2021) *Mengenal Lebih Dekat Dunia Nano Di Era Nano Teknologi*. Riset dan Abdimas. Available at: <https://unpar.ac.id/mengenal-lebih-dekat-dunia-nano-di-era-nano-teknologi/>.
- Firnando, H.G., dan Astuti. (2015) 'Pengaruh Suhu Pada Proses Sonikasi Terhadap Morfologi Partikel dan Kristalinitas Nanopartikel Fe₃O₄', *Jurnal Fisika Unand*, 4(1), pp. 1-5.
- Funakoshi, K., *et al.* (2016) 'Continuous Precipitation of Nickel Hydroxide by Addition of Ammonium Ions', *Crystal Growth Design*. ACS Publications.

<http://dx.doi.org/10.1021/acs.cgd.5b00950>.

Harish, V. *et al.* (2022) 'Nanoparticle and Nanostructure Synthesis and Controlled Growth Methods', *Nanomaterials*, 12, 3226. <https://doi.org/10.3390/nano12183226>.

Hasria, *et al.* (2021) 'Profil Endapan Nikel Laterit di Kecamatan Tinanggea, Kabupaten Konawe Selatan, Provinsi Sulawesi Tenggara', *Promine*, 9(1), pp. 13-22.

Hill, K. *et al.* (2019) 'Protein-Engineered Nanoscale Micelles for Dynamic 19F Magnetic Resonance and Therapeutic Drug Delivery', *ACS Publications*, 13(3), pp. 2969-2985.

Hong, S. *et al.* (2021) 'Characterization of Nickel Oxide Nanoparticles Synthesized Under Low Temperature', *Micromachines*, 12, 1168. <https://doi.org/10.3390/mi12101168>.

Hu, Xiujuan, *et al.* (2022) 'Ammonia Leaching Process for Selective Extraction of Nickel and Cobalt from Polymetallic Mixed Hydroxide Precipitate', *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 10(6). <https://doi.org/10.1016/j.jece.2022.108936>.

Ilyas, S., *et al.* (2019) 'Extraction of Nickel and Cobalt from A Laterite Ore Using The Carbothermic Reduction Roasting-Ammonical Leaching Process', *Journal Pre-proofs*. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2019.115971>.

Jannah, R. R., dan Amaria. (2020) 'Sintesis Nanopartikel Perak Menggunakan Pereduksi Asam Amino Sebagai Deteksi Ion Logam Berat', *Prosiding Seminar Nasional Kimia (SNK)*. Universitas Negeri Surabaya.

Jumini, Sri. (2017) 'Nanoteknologi Manivestasi Nanosciences', *Jurnal PPKM II*, pp. 199-206.

Kyle, J. (2010) 'Nickel Laterite Processing Technologies–Where to Next? In: ALTA 2010 Nickel/Cobalt/Copper Conference', *ResearchGate*. Perth, Western Australia. Available at: <http://researchrepository.murdoch.edu.au/>.

- Li, Zoushuang, *et al.* (2022) "Acombined Multiscale Modeling and Experimental Study On Surface Modification of High-Volume Micro-Nanoparticles With Atomic Accuracy", *International Journal of Extreme Manufacturing*, 4. <https://doi.org/10.1088/2631-7990/ac529c>.
- Liza, Yulia M. *et al.* (2018) "SOL-GEL: PRINCIPLE AND TECHNIQUE", A Review *INA-Rxiv Papers*. Available at: <https://doi.org/10.31227/osf.io/2cuh8>.
- Löliger, J. (2000) 'Function and Importance of Glutamate for Savory Foods', *The Journal of nutrition*, 130(4), pp.915S-920S.
- Luo, Wei, *et al.* (2010) 'Kinetics of Saprolitic Laterite Leaching by Sulphuric Acid at Atmospheric Pressure', *Mineral Engineering*, 23, pp. 458-462.
- Mahdavi, R., dan Ashraf Talesh. (2017) "The Effect of Ultrasonic Irradiation on The Structure, Morphology and Photocatalytic Performance of ZnO Nanoparticles by Sol-Gel Method". *Ultrasonics Sonochemistry*. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ultsonch.2017.05.012>
- Mateos, D., *et al.* (2019) "Synthesis of High Purity Nickel Oxide by A Modified Sol-Gel Method", *Ceramics International*. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.03.005>.
- Maulana, D. S. (2020) *Pengaruh Temperatur Sintesis Hidrotermal Terhadap Diameter Nanopartikel Seng Oksida*. Universitas Airlangga.
- Mirjailili, F., *et al.* (2011) "Effect of Stirring Time on Synthesis of Ultra Fine α -Al₂O₃ Powder by A Simple Sol-Gel Method", *Journal of Ceramic Processing Research*, vol. 12(6), pp. 738-741.
- Merck, KGaA. (2023) 'Triton X-100 Properties and Description', *Sigma Aldrich*. Available at: <https://www.sigmaaldrich.com/ID/en/product/sial/x100>.
- Muflihatun, *et al.* (2015) 'Sintesis Nanopartikel Nickel Ferrite (NiFe₂O₄) dengan Metode Kopersipitasi dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya', *Jurnal Fisika Indonesia*, 19(55).

- Ndlovu, S., dan G. Simate (2007) 'The Leaching of Nickel Laterite Ore Using Acidic Media and Ferric Ions', *Ouro Preto-MG*.
- Neppolian, B., *et al.* (2007) ' Ultrasonic-Assisted Sol-Gel Method of Preparation of TiO₂ Nanoparticles: Characterization, Properties and 4-chlorophenol Removal Application', *Ultrasonic Sonochemistry*, 15, pp. 649-658.
- Ningrum, Y. P. (2018) *Sintesis dan Karakteristik Nanopartikel Silika (SiO₂) dari Limbah Geothermal Sebagai Fluorescent Fingerprint Powder*. Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah.
- Ninh Pham, A., *et al.* (2006) 'Kinetics of Fe(III) Precipitation in Aqueous Solutions at pH 6.0-9.5 and 25°C', *Geochimica Elsevier*. doi:10.1016/j.gca.2005.10.018.
- Ningsih. (2016) *Buku Sintesis Anorganik*. Penerbit: UNP Press Padang.
- Oktaviani, D. T., *et al.* (2015) 'Sintesis Nano Ag dengan Metode Reduksi Kimia', *Jurnal Sains dan Teknologi*, 13(2).
- Patra, J. K., *et al.* (2014) 'Green Nanobiotechnology: Factors Affecting Synthesis and Characterization Techniques', *Journal of Nanomaterials*, 12 pages. <http://dx.doi.org/10.1155/2014/417305>.
- Perdana, F. A. (2010) *Sintesis Dan Karakterisasi Partikel Nano Fe₃O₄ Dengan Template PEG-1000*. Surabaya: FMIPA, ITS.
- Pine, S. (1988) *Kimia Organik*. Edisi keempat. Bandung: Penerbit ITB.
- Pooyandeh, S., Shahidi, S., Khajehnezhad, A., Ghoranneviss, Z. (2020) 'Synthesizing and Deposition of Nickel Oxide Nanoparticles On Glass Mat Using Sol-gel Method (Morphological and Magnetic Properties)', *The Journal of The Textile Institute*, 112(6), pp. 887-895.
- Prasetyo, E., *et al.* (2020) Monosodium Glutamate as Selective Lixiviant for Alkaline Leaching of Zinc and Copper from Electric Arc Furnace Dust",

Metals, 10, 644. <http://dx.doi.org/10.3390/met10050644>.

Purnomo, S. R., *et al.* (2017) 'studi Sintesis Nanopartikel Perak Dengan Metode Biologi Menggunakan Tanaman Sambiloto (*Andrographis Paniculata* Ness)', *Buletin Fisika*, 18(1), pp. 6-11.

Puyol, D., *et al.* (2017) 'Resource Recovery from Wastewater by Biological Technologies: Opportunities, Challenges, and Prospects', *Frontiers in Microbiology*, 7. <https://doi.org/10.3389/fmicb.2016.02106>.

Rafique, M., *et al.* (2019) 'Laser Ablation Synthesis of Silver Nanoparticles in Water and Dependence on Laser Nature', *Opt Quant Electron, Springer*, 51, 179. <https://doi.org/10.1007/s11082-019-1902-0>.

Ramesh, dan Vishnu K. (2006) 'Synthesis of nickel hydroxide: Effect of precipitation conditions on phase selectivity and structural disorder', *Journal of Power Sources*, 156, pp. 655-661. doi:10.1016/j.jpowsour.2005.05.050.

Revangga, David. (2020) *Sintesis dan Karakterisasi Material Magnetik Nickel Oxide (NiO) Menggunakan Metode Sol-Gel dengan Variasi Waktu Stirring*. Diploma Thesis, Universitas Negeri Malang.

Rusdiana, I. A. *et al.* (2018) 'Pengaruh Sonikasi Terhadap Sifat Fisik Formula Herbisida yang Ditambahkan Surfaktan Dietanolamida', *Agroradix*, 1(2), 34–41.

Schubert, U. (2015) *The Sol-Gel Handbook: Characterization, and Applications*. First Edition. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.

Schwinefus, J., *et al.* (2015) 'Molar Mass and Second Virial Coefficient of Polyethylene Glycol by Vapor Pressure Osmometry', *Journal of Chemical Education*. <http://pubs.acs.org/>.

Shamim, A., *et al.* (2019) 'Synthesis of Nickel Nanoparticles by Sol-gel Method and their Characterization', *Open Journal of Chemistry*, 2(1), pp. 16-20.

- Sheldon, R. A., dan John, M. W. (2017) 'Role of Biocatalysis in Sustainable Chemistry', *Chemical Reviews ACS Publications*. DOI:10.1021/acs.chemrev.7b00203.
- Subagja, D. (2017) *Sintesis Dan Karakterisasi Ni-Tio₂ Dan Nio-Tio₂ Dengan Variasi Temperatur Kalsinasi Dan Aktivitasnya Dalam Degradasi Metilen Biru*. Universitas Negeri Semarang.
- Trisnayanti, N. P. (2020) *Synthesis Nanoparticles Method*. University of Indonesia.
- Veselov, G. B. *et al.* (2022) 'Preparation of The Nanostructured Ni-Mg-O Oxide System by a Sol-Gel Technique at Varied pH', *Nanomaterials*, 12, 952. <https://doi.org/10.3390/nano12060952>.
- Wahab, *et al.* (2022) 'Presipitasi Besi Dari Larutan Hasil Pelindian Bijih Nikel Laterit', *Jurnal Teknologi Mineral dan Batubara*, 18(3), pp. 167-175. Doi: 10.30556/jtmb.Vol18.No3.2022.1176.
- Wanta, K. C., *et al.* (2019) 'Pengaruh Derajat Keasaman (pH) dalam Proses Presipitasi Hidroksida Selektif Ion Logam dari Larutan Ekstrak Spent Catalyst', *Jurnal Rekayasa Proses*. 13(2), pp. 94-105. <https://doi.org/10.22146/jrekpros.31163>.
- Yoga, J. P. C. (2022) 'Proses Hidrometalurgi Ekstraksi Nikel Menggunakan Bijih Laterit untuk Memproduksi MHP', *ResearchGate*. Yogyakarta.
- Yuniarti, Y. (2015) *Pemurnian Pasir Silika Dengan Metode Sonikasi*. Institut Teknologi Sepuluh November.
- Yuniarti, E., *et al.* (2013) 'Pengaruh pH, Suhu dan Waktu pada Sintesis LiFePO₄/C dengan Metode Sol-Gel Sebagai Material Katoda untuk Baterai Sekunder Lithium', *Berkala MIPA*, 23(3).
- Zaidan, M., Wahyu, G. (2021) 'Kajian Bahan Baku Mineral Nikel Untuk Baterai Listrik Di Daerah Sulawesi Tenggara', *Jurnal Rekayasa Pertambangan (JRP)*, 1(1).

Zhang, P., *et al.* (2015) 'Precipitation of α -Fe₂O₃ and Recovery of Ni and Co from Synthetic Laterite-Leaching Solutions', *Hydrometallurgy*, 153, pp. 21-29. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2015.01.011>

Zorkipli, N. N., *et al.* (2016) "Synthesis of NiO Nanoparticles Through Sol-gel Method", *Procedia Chemistry*, 19(2016), pp. 626-631.

LAMPIRAN A
CONTOH PERHITUNGAN

Lampiran A. Contoh Perhitungan

A.1 Perhitungan Pembuatan Larutan H₂SO₄

1) Diketahui:

Konsentrasi bahan baku asam sulfat (H₂SO₄) = 98%

Berat jenis asam sulfat (H₂SO₄) = 1,83 g/ml

Berat molekul = 98 g/mol

2) Perhitungan

$$\begin{aligned} \text{➤ Konsentrasi asam sulfat (H}_2\text{SO}_4\text{) (M)} &= \frac{10 \times 98\% \times \text{Berat Jenis}}{\text{BM}} \\ &= \frac{10 \times 98\% \times 1,83}{98} \\ &= 18,3 \text{ M} \approx 18 \text{ M} \end{aligned}$$

➤ Pengenceran konsentrasi menjadi 5 M dan 10 M dengan volume 100 ml

- Untuk 5 M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$18 \times V_1 = 5 \text{ M} \times 100 \text{ ml}$$

$$V_1 = 27,77 \text{ ml}$$

Kebutuhan aquades = 72,23 ml

- Untuk 10 M

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$18 \times V_1 = 10 \text{ M} \times 100 \text{ ml}$$

$$V_1 = 55,55 \text{ ml}$$

Kebutuhan aquades = 44,45 ml

A.2 Perhitungan Pembuatan Larutan NaOH 1 M dan 10 M

➤ Untuk NaOH 1 M

$$M = \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{V(\text{ml})}$$

$$1 \text{ M} = \frac{\text{Massa}}{40} \times \frac{1000}{100 \text{ ml}}$$

$$\text{Massa} = \frac{4.000}{1000}$$

$$= 4 \text{ g}$$

➤ Untuk NaOH 10 M

$$M = \frac{\text{Massa}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{V(\text{ml})}$$

$$10 \text{ M} = \frac{\text{Massa}}{40} \times \frac{1000}{100 \text{ ml}}$$

$$\text{Massa} = \frac{40.000}{1000}$$

$$= 40 \text{ g}$$

A.3 Perhitungan Larutan Pelindian *Monosodium Glutamate* (MSG)

1) Diketahui:

$$\text{Perbandingan S:L} = 1:8$$

$$\text{Massa molekul relatif MSG} = 187,127 \text{ g/mol}$$

$$\text{Oksidator hidrogen peroksida} = 1\%$$

$$\text{NaOH} = 10 \text{ M}$$

$$\text{Kebutuhan MSG} = 1 \text{ M}$$

2) Perhitungan

➤ Konsentrasi MSG untuk 1 M

$$\text{Molaritas} = \frac{\text{Massa}}{187,127 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{V(\text{ml})}$$

$$1 \text{ M} = \frac{\text{Massa}}{187,127 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{128 \text{ ml}}$$

$$\text{Massa} = \frac{187,127 \text{ g/mol} \times 128}{1000}$$

$$\text{Massa} = 23,95 \text{ g}$$

➤ Kebutuhan aquades

$$\text{Aquades} = 128 \text{ ml} - \text{Massa MSG}$$

$$\text{Aquades} = 128 \text{ ml} - 23,95$$

$$\text{Aquades} = 104,05 \text{ ml}$$

➤ Oksidator hidrogen peroksida 1% (dalam 128 ml)

$$\text{Oksidator H}_2\text{O}_2 \text{ 1\%} = 1\% \times 128 \text{ ml}$$

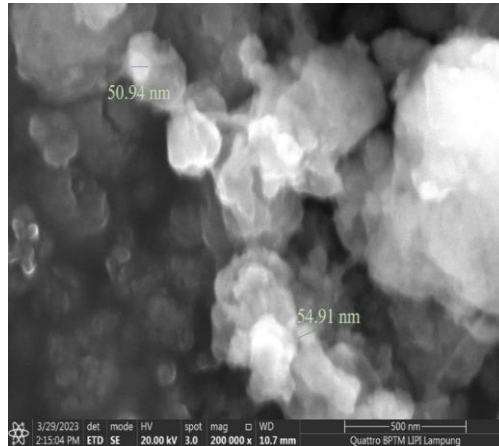
$$\text{Oksidator H}_2\text{O}_2 \text{ 1\%} = \frac{1}{100} \times 128 \text{ ml}$$

$$\text{Oksidator H}_2\text{O}_2 \text{ 1\%} = 1,28 \text{ ml}$$

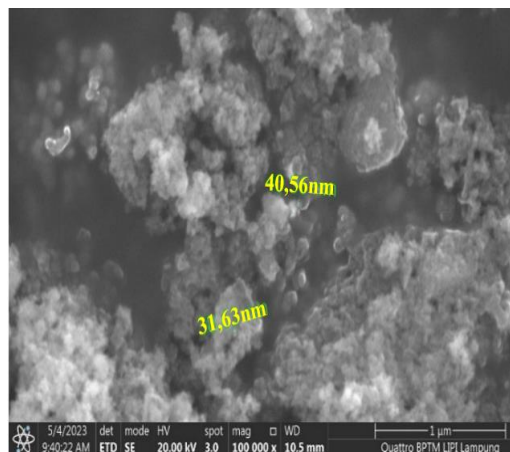
LAMPIRAN B
DATA PENELITIAN

Lampiran B. Data Penelitian

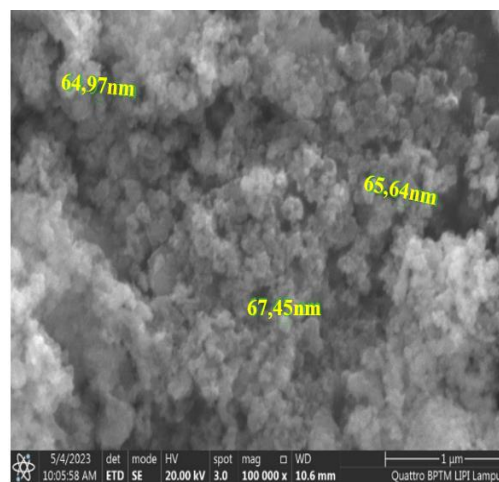
B.1 Data SEM Sintesis Nanopartikel Nikel Kondisi Basa



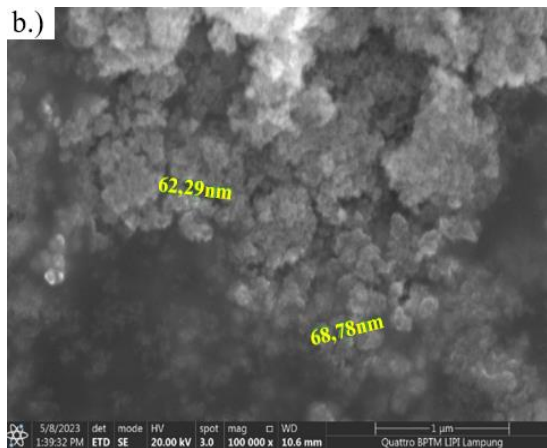
Gambar B.1 Hasil SEM Sintesis Kondisi Basa Selama 24 Jam



Gambar B.2 Hasil SEM Sintesis Kondisi Basa Selama 48 Jam (Ultrasonik)

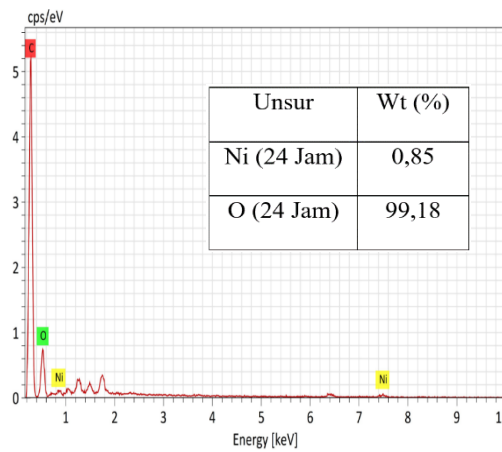


Gambar B.3 Hasil SEM Sintesis Kondisi Basa Selama 72 Jam

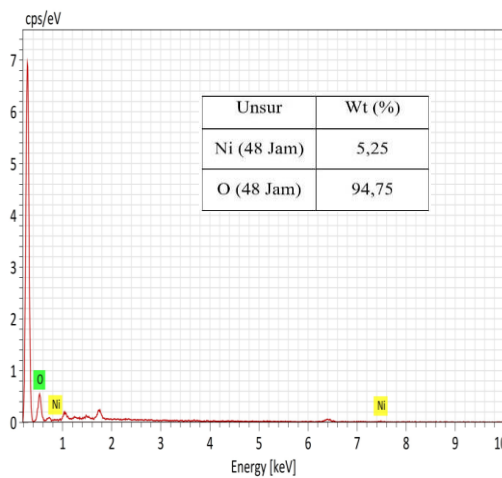


Gambar B.4 Hasil SEM Sintesis Kondisi Basa Selama 48 Jam (Tanpa Ultrasonik)

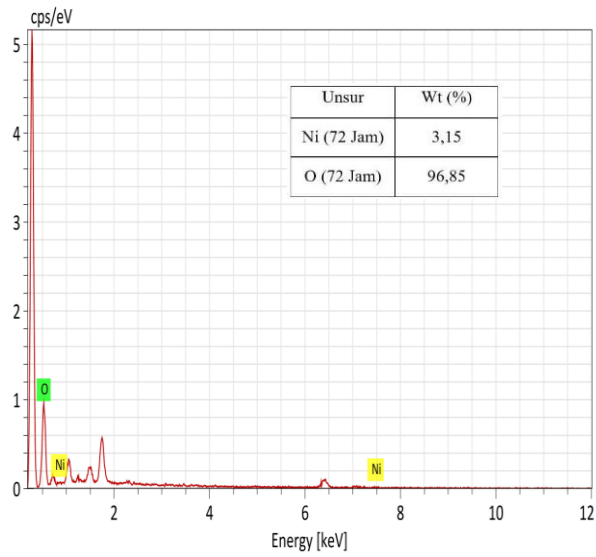
B.2 Data EDS Sintesis Nanopartikel Nikel Kondisi Basa



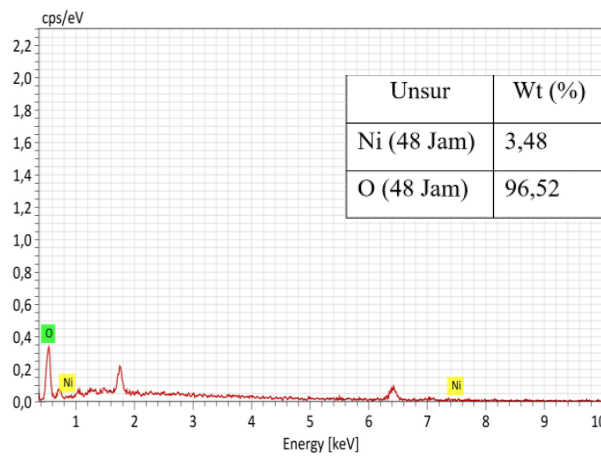
Gambar B.5 Hasil EDS Sintesis Kondisi Basa Selama 24 Jam



Gambar B.6 Hasil EDS Sintesis Kondisi Basa Selama 48 Jam (Ultrasonik)



Gambar B.7 Hasil EDS Sintesis Kondisi Basa Selama 72 Jam



Gambar B.8 Hasil EDS Sintesis Kondisi Basa Selama 48 Jam (Tanpa Ultrasonik)

B.3 Data PSA Sintesis Nanopartikel Nikel Kondisi Basa

Tabel B.1 Data PSA Sintesis Basa 24 Jam

<i>Peak</i>	<i>S.P Area Ratio</i>	<i>Mean</i>	<i>S.D</i>	<i>Mode</i>
1	0,43	38,0 nm	6,3 nm	36,9 nm
2	0,57	136,1 nm	33,2 nm	127,2 nm
3	-	-	-	-
Total	1,00	94,3 nm	54,8 nm	36,9 nm

Tabel B.2 Data PSA Sintesis Basa 48 Jam (Ultrasonik)

<i>Peak</i>	<i>S.P Area Ratio</i>	<i>Mean</i>	<i>S.D</i>	<i>Mode</i>
1	0,64	47,3 nm	12,9 nm	42,0 nm
2	0,36	177,2 nm	56,0 nm	181,3 nm
3	-	-	-	-
Total	1,00	94,3 nm	71,7 nm	42,0 nm

Tabel B.3 Data *Particle Size Analyzer* (PSA) Sintesis Basa 72 Jam

<i>Peak</i>	<i>S.P Area Ratio</i>	<i>Mean</i>	<i>S.D</i>	<i>Mode</i>
1	0,37	36,1 nm	5,0 nm	33,9 nm
2	0,63	148,3 nm	32,3 nm	142,9 nm
3	-	-	-	-
Total	1,00	106,7 nm	60,0 nm	142,9 nm

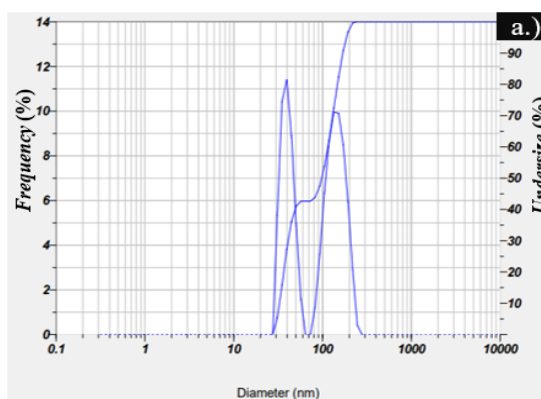
Tabel B.4 Data *Particle Size Analyzer* (PSA) Sintesis Basa 48 Jam (Tanpa Ultrasonik)

<i>Peak</i>	<i>S.P Area Ratio</i>	<i>Mean</i>	<i>S.D</i>	<i>Mode</i>
1	0,45	36,3 nm	5,3 nm	33,8 nm
2	0,55	141,5 nm	30,0 nm	142,1 nm
3	-	-	-	-
Total	1,00	94,3 nm	57,0 nm	33,8 nm

Cumulant Operations

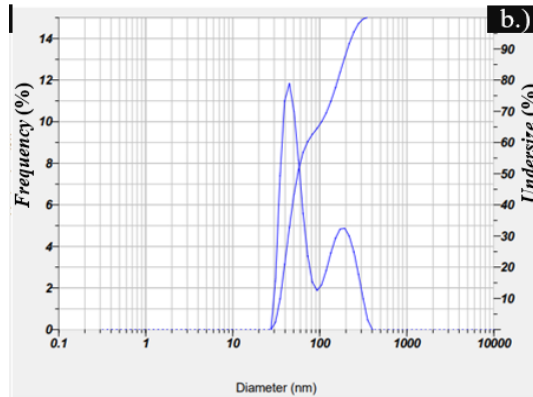
Z-Average : 68,9 nm

PI : 0,407



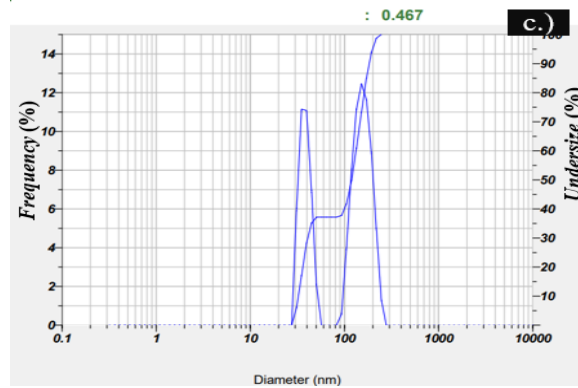
Gambar B.9 Grafik PSA Sintesis Kondisi Basa Selama 24 Jam

Cumulant Operations
Z-Average : 63,7 nm
PI : 0,335



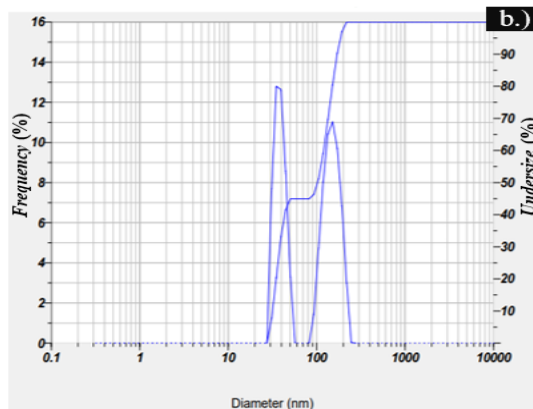
Gambar B.10 Grafik PSA Sintesis Kondisi Basa Selama 48 Jam (Ultrasonik)

Cumulant Operations
Z-Average : 76,4 nm
PI : 0,467



Gambar B.11 Grafik PSA Sintesis Kondisi Basa Selama 72 Jam

Cumulant Operations
Z-Average : 67,2 nm
PI : 0,427



Gambar B.12 Grafik PSA Sintesis Kondisi Basa Selama 48 Jam (Tanpa Ultrasonik)

LAMPIRAN C
GAMBAR ALAT DAN BAHAN

Lampiran C. Gambar Alat dan Bahan



Gambar C.1 Batang Pengaduk



Gambar C.2 Beaker 50 ml dan 250 ml



Gambar C.3 Botol *Centrifuge*



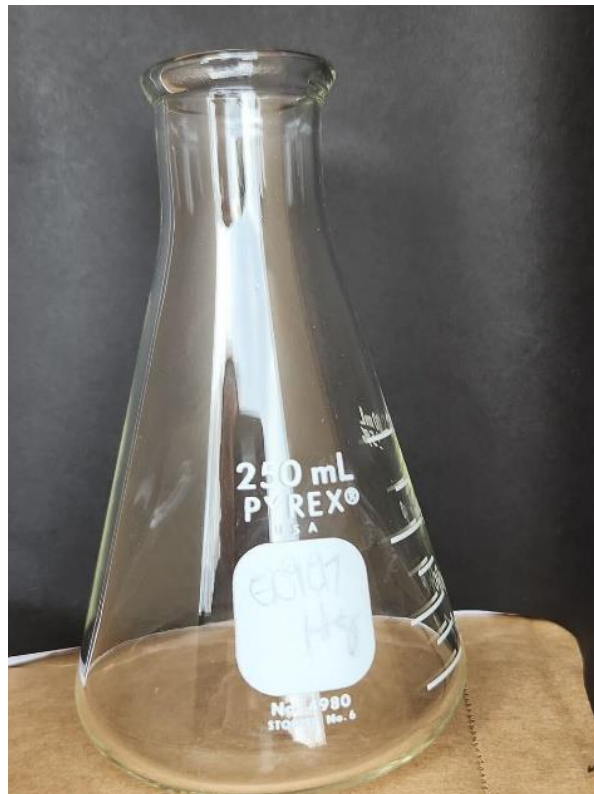
Gambar C.4 *Bulb*



Gambar C.5 Corong



Gambar C.6 Centrifuge



Gambar C.7 Erlenmeyer 250 ml



Gambar C.8 Gelas Ukur 100 ml



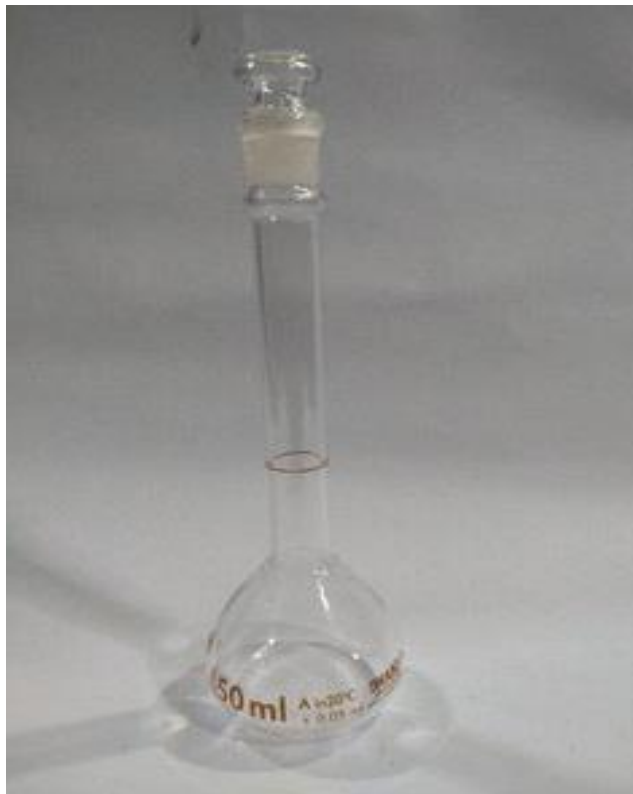
Gambar C.9 Hotplate



Gambar C.10 Kertas pH meter



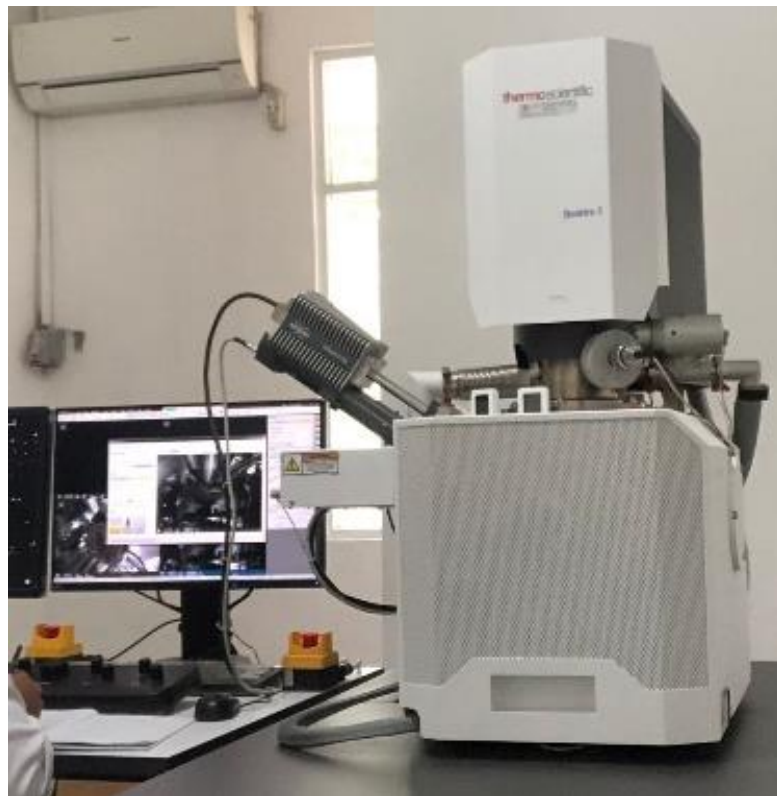
Gambar C.11 Kertas Saring



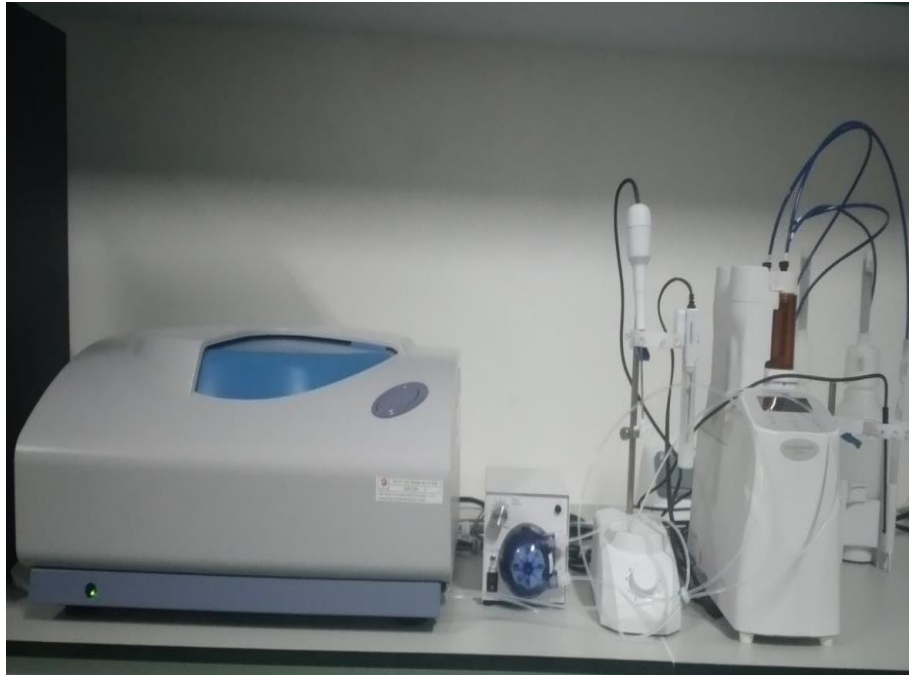
Gambar C.12 Labu Ukur



Gambar C.13 *Magnetic Stirrer*



Gambar C.14 *Mesin SEM-EDS*



Gambar C.15 Mesin PSA



Gambar C.16 Neraca Digital



Gambar C.17 Oven



Gambar C.18 Plastik Wrap



Gambar C.19 Plastik Sampel



Gambar C.20 Pipet Tetes



Gambar C.21 Pipet Ukur



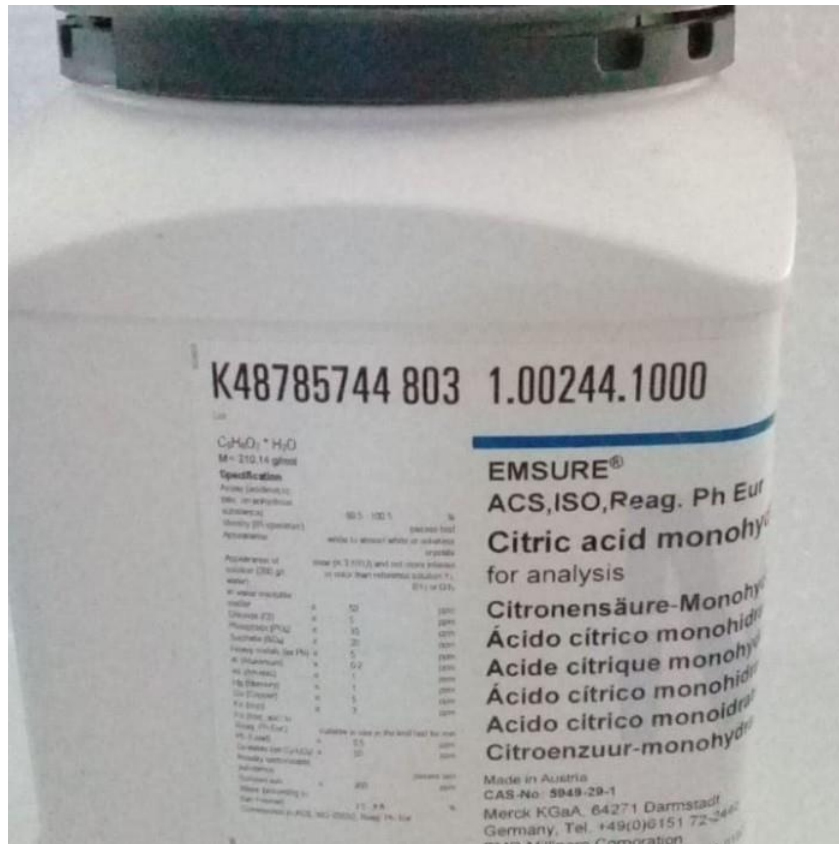
Gambar C.22 Sarung Tangan *Latex*



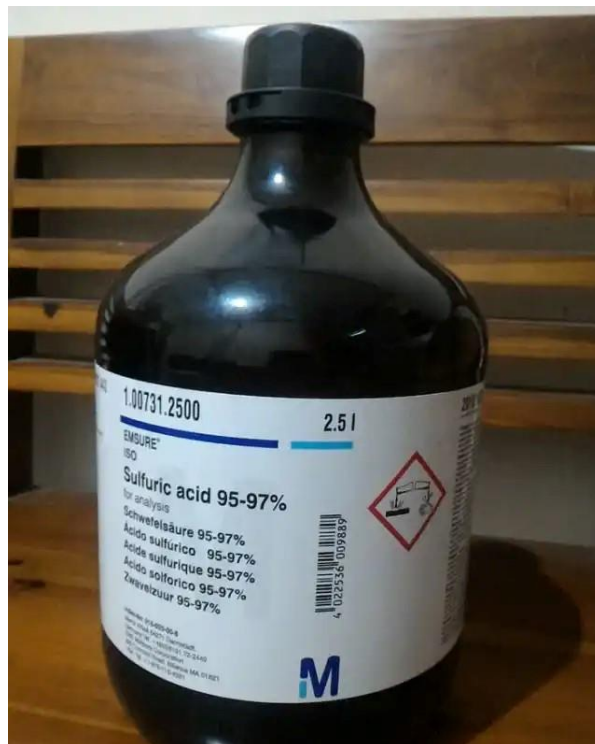
Gambar C.23 Sarung Tangan *Oven*



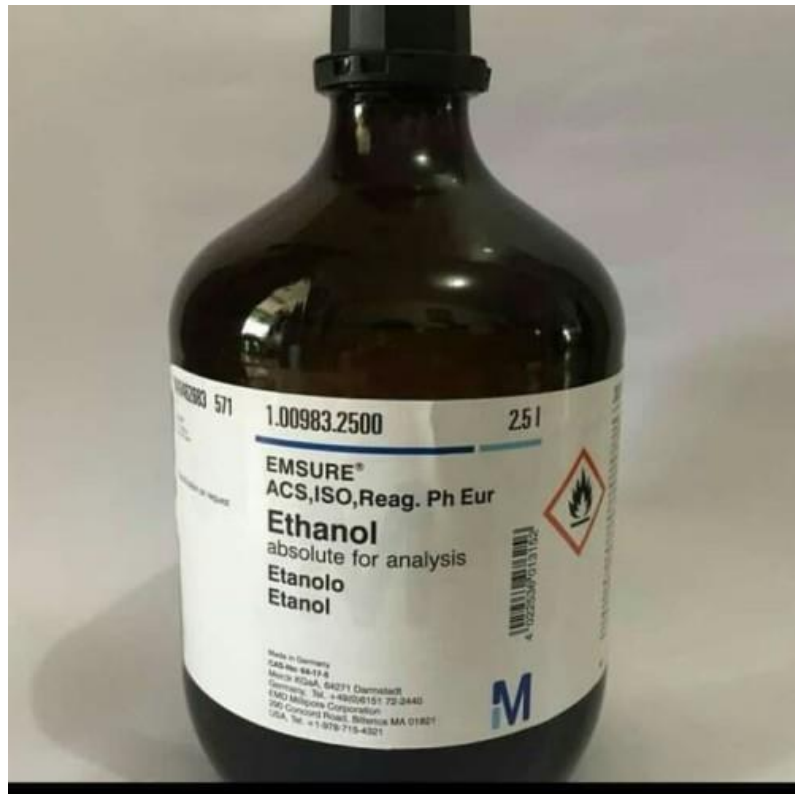
Gambar C.24 *Aquadest*



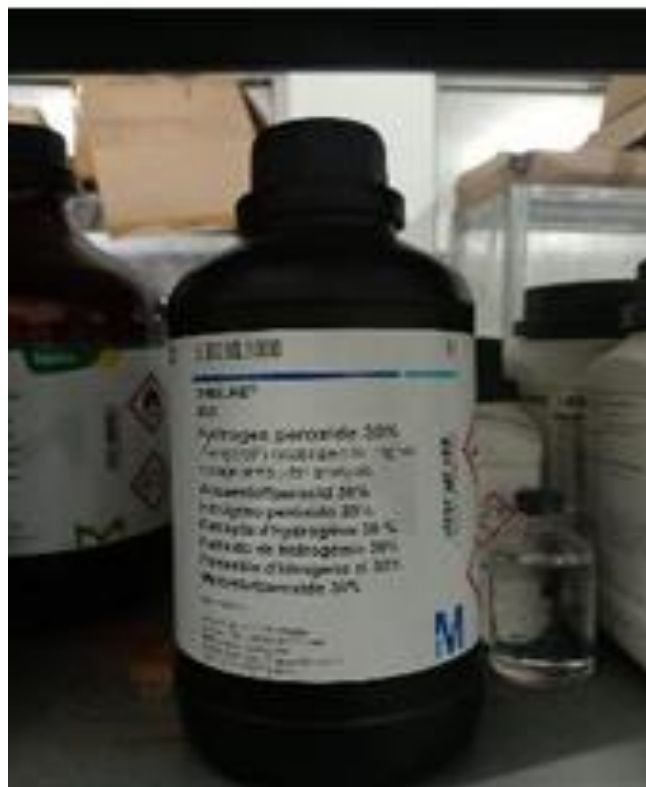
Gambar C.25 Asam Sitrat Monohidrat



Gambar C.26 Asam Sulfat



Gambar C.27 *Etanol*



Gambar C.28 Hidrogen Peroksida



Gambar C.29 *Monosodium Glutamate*



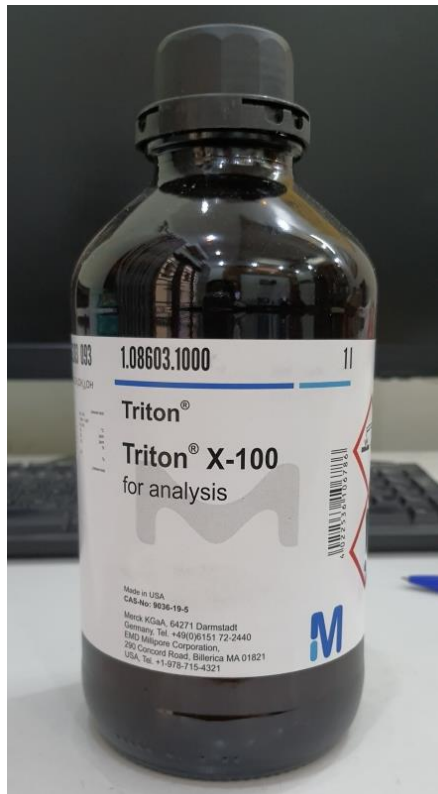
Gambar C.30 Natrium Hidroksida



Gambar C.31 Nikel Laterit Kalsin Terbaik



Gambar C.32 *Polyethylene Glycol*



Gambar C.33 Triton X-100