

BAB II

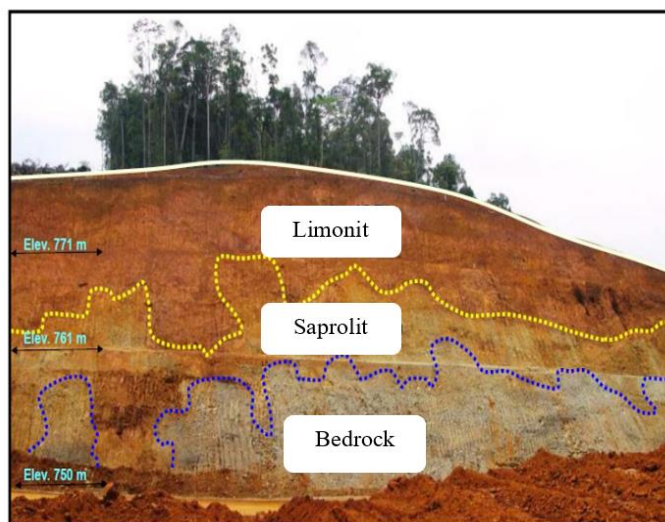
TINJAUAN PUSTAKA

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,

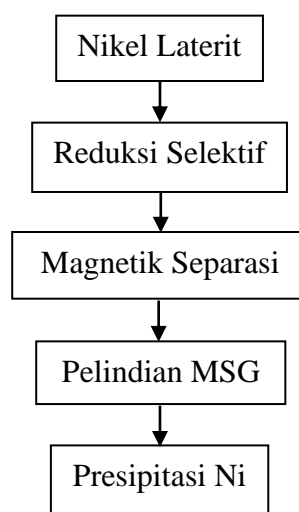
magnetit, dan sisa batuan asal. Zona ini umumnya berwarna coklat kekuningan sampai hijau kecoklatan, kekerasan sedang hingga kasar. Pada zona saprolit banyak di jumpai olivin lapuk berukuran pasir dan gravel dunit. Kadar Ni zona saprolit pada daerah Konawe berkisar 0,93-1,85%, Fe 9,365-28,75% dan ketebalan 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)

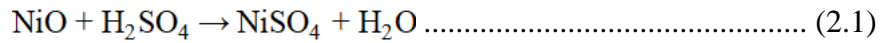
2.2 Proses Pelindian Bijih Nikel

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).

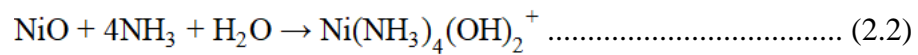
Pelindian bijih nikel adalah proses kimia atau teknologi yang digunakan untuk memisahkan logam nikel dari bijih nikel. Bijih nikel umumnya terdiri dari nikel oksida dan sulfida, serta beberapa mineral pengotor lainnya. Pelindian bijih nikel dilakukan untuk mengubah bijih nikel menjadi logam nikel murni 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

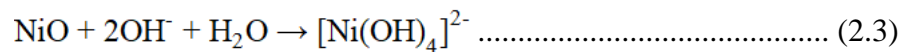
proses pelindian adalah sebagai berikut:



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

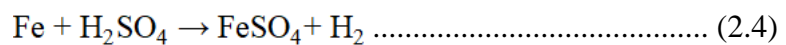
Presipitasi Fe merupakan proses antara ion besi (Fe) dalam larutan bereaksi dengan senyawa atau ion lainnya dan membentuk endapan padat yang disebut presipitat (Ninh Pham, A., *et al*, 2006). Proses presipitasi Fe dari larutan hasil pelindian biasanya dilakukan dengan tujuan untuk mengendapkan ion Fe 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

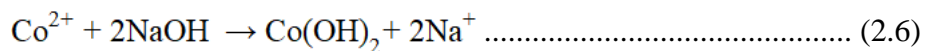
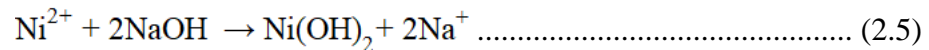
- c. Presipitasi biologis: Metode ini melibatkan penggunaan mikroorganisme tertentu, seperti bakteri, yang mampu mengoksidasi atau mereduksi ion Fe dalam larutan hasil pelindian. Proses biologis ini dapat menghasilkan endapan padat berupa senyawa besi oksida atau hidroksida.

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.



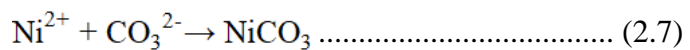
Presipitasi Ni merupakan proses pengendapan senyawa melalui reaksi kimia atau terbentuknya endapan nikel dari larutan yang mengandung ion nikel. Proses presipitasi biasanya melibatkan penambahan senyawa kimia tertentu ke dalam larutan nikel yang mengakibatkan terbentuknya endapan padat nikel. Terdapat 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):

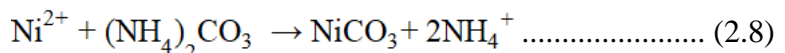


Selain natrium hidroksida (NaOH), terdapat beberapa senyawa kimia lain yang dapat digunakan untuk presipitasi nikel, yaitu: natrium karbonat (Na_2CO_3) (Ramesh, dan Vishnu K., 2006), amonium hidroksida (NH_4OH) dan amonium karbonat ($(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$) (Funakoshi, K., *et al*, 2016).

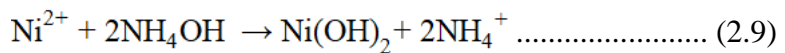
- a. Natrium karbonat (Na_2CO_3), reaksinya dengan ion nikel menghasilkan nikel karbonat (NiCO_3) sebagai endapan padat (Ramesh, dan Vishnu K, 2006).



- 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).

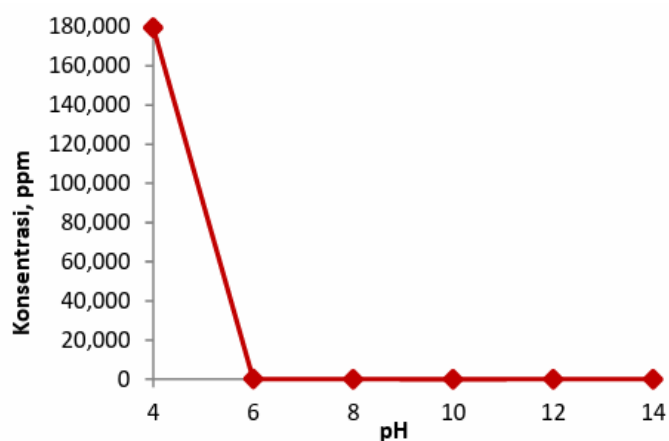


- c. Amonium hidroksida (NH_4OH), reaksi presipitasi nikel hidroksida dengan amonium hidroksida mirip dengan reaksi presipitasi nikel hidroksida dengan natrium hidroksida (Funakoshi, K., *et al*, 2016).



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.

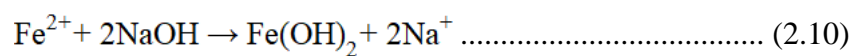
Dalam proses presipitasi baik Fe maupun Ni dari larutan hasil pelindian, terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi hasil pengendapan atau hasil presipitat, antara lain: ion lain dalam larutan, pH, dan waktu presipitasi. Pengaruh ion lain dalam larutan dengan Fe dan Ni dalam proses presipitasi, yaitu 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).



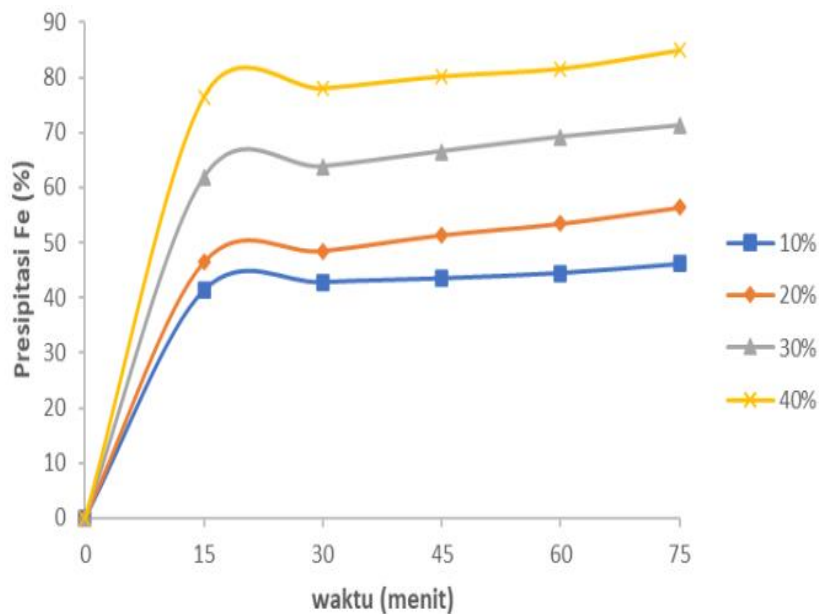
Gambar 2.3 Pengaruh pH Terhadap Proses Presipitasi Ni (Wanta, K., *et al*, 2019)

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)

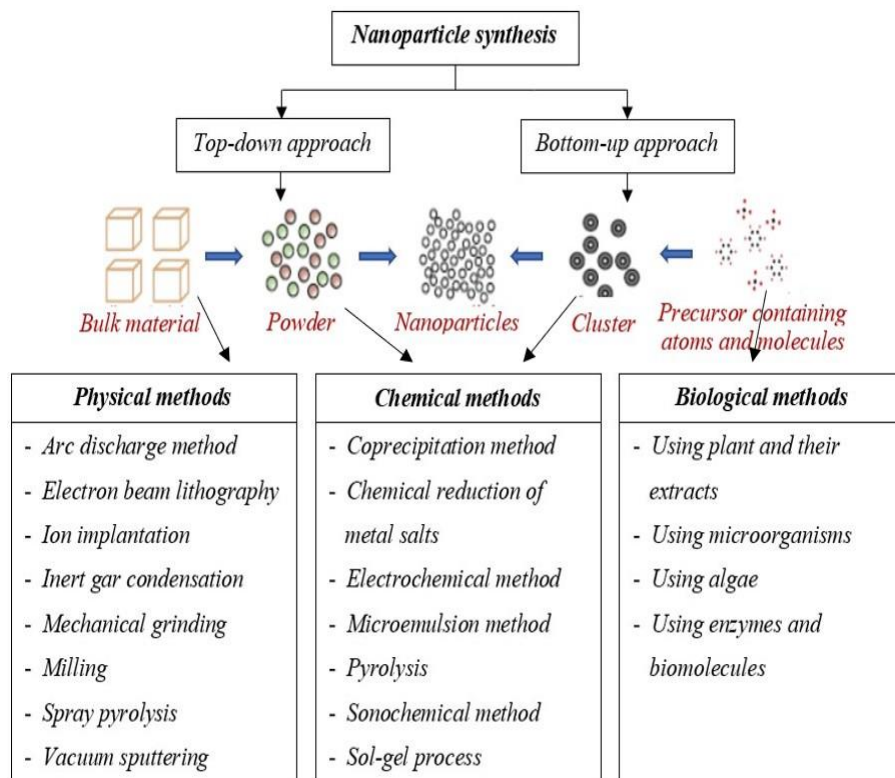
Berikut Tabel 2.1 merupakan data hasil laporan akhir disertasi Fathan Bahfie yang menunjukkan nilai kadar larutan hasil presipitasi Fe, Ni, Co yang dijadikan sebagai data awal bahan sebelum ke proses sintesis pada penelitian ini.

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

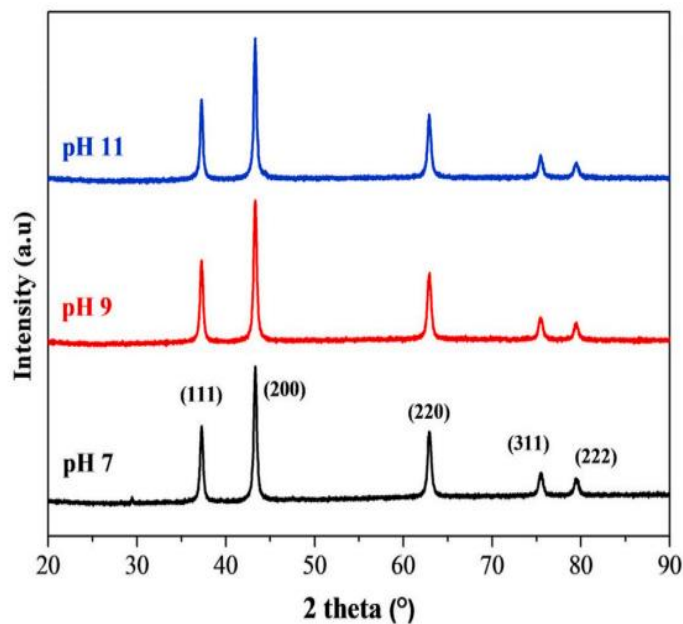
menggunakan media dari bahan-bahan biologi baik mikroorganisme maupun tumbuh-tumbuhan. Biosintesis menggunakan ekstrak dari tumbuhan memiliki proses yang lebih sederhana dibandingkan dengan menggunakan mikroorganisme, karena tidak perlu menyiapkan media mikroorganisme atau kultur sel untuk bahan utamanya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

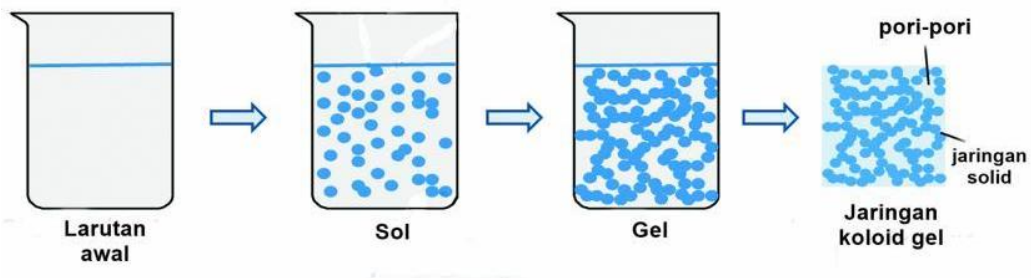
Dalam parameter kondisi reaksi, suhu yang tepat dapat mempengaruhi kinetika reaksi dan pertumbuhan partikel. Perubahan suhu dapat menghasilkan partikel dengan ukuran dan struktur yang berbeda. Waktu reaksi dalam sintesis nanopartikel nikel dapat berpengaruh pada nanopartikel yang dihasilkan, yaitu apabila 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.



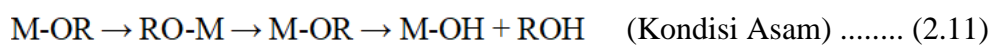
Gambar 2.7 Tahapan Preparasi dengan Metode Sol-Gel (Liza, Yulia M., *et al*, 2018)

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

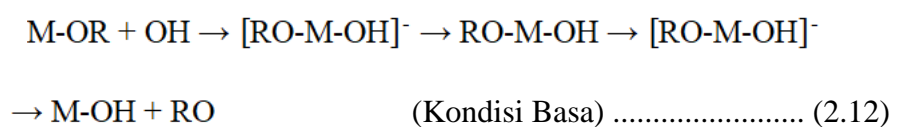
hidrolisis, kondensasi alkohol, dan kondensasi air. Namun, ada juga beberapa sumber yang mengatakan tahapan dalam metode sol-gel itu terbagi menjadi empat bagian, yaitu hidrolisis, kondensasi, pematangan gel, dan pengeringan (Elma, M., 2018).

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).



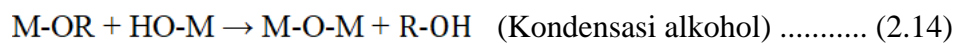
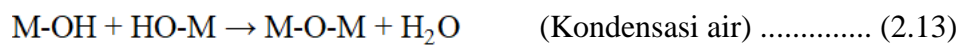
Dengan nilai konsentrasi katalis yang sama, pada kondisi basa ternyata alkoksida silikon akan terprotonasi lebih lama dibandingkan dengan alkoksida silikon pada kondisi asam. Hal tersebut disebabkan oleh kecenderungan oksigen alkoksida untuk menolak gugus hidroksil (-OH).



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

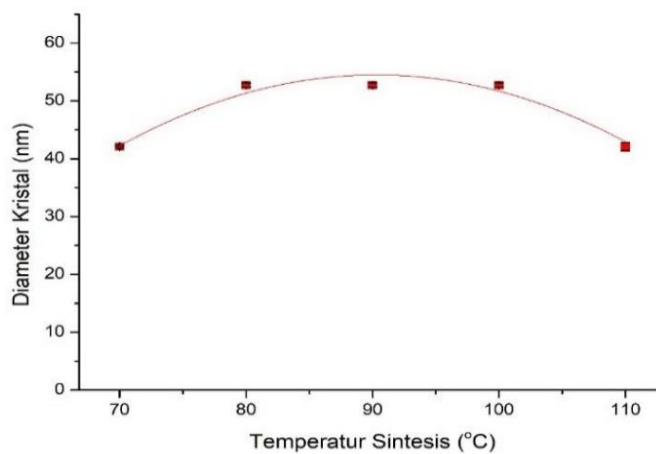
Tahap terakhir dalam metode sol-gel, yaitu proses pengeringan. Proses ini merupakan proses penguapan pelarut yang digunakan dengan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol-gel yang luas permukaannya besar (Subagja, 2017).

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.



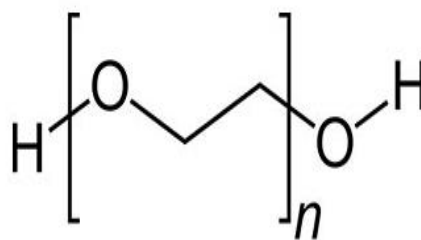
Gambar 2.8 Grafik Diagram Suhu Sintesis Terhadap Diameter Kristal Nanopartikel yang Terbentuk (Famia, A. M., 2019)

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).

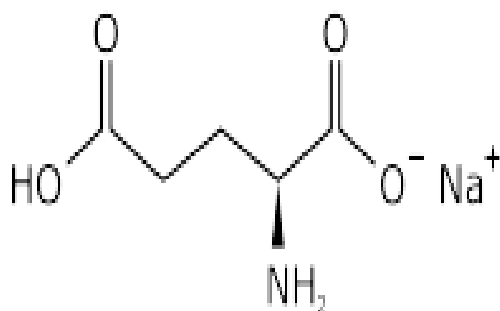
Triton X juga digunakan sebagai surfaktan dalam proses sintesis nanopartikel pada penelitian ini dikarenakan dalam penelitian Zorkipli, menjelaskan sintesis nanopartikel nikel oksida (NiO) menggunakan metode sol-gel dalam keadaan basa dengan prekursor yang digunakan yaitu *polyethylene glycol* dan triton 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 (Löliger, 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).



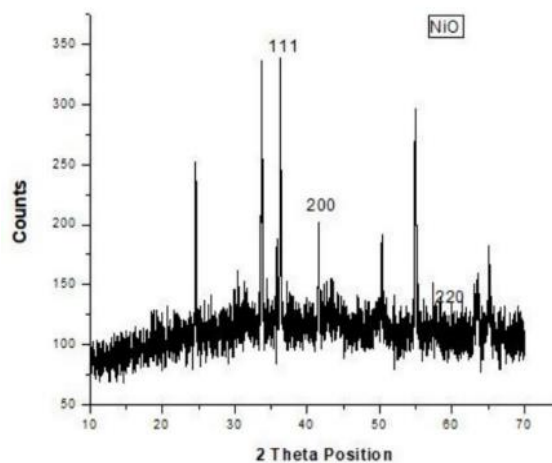
Gambar 2.10 *Monosodium Glutamate* (MSG) (Löliger, 2000)

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).

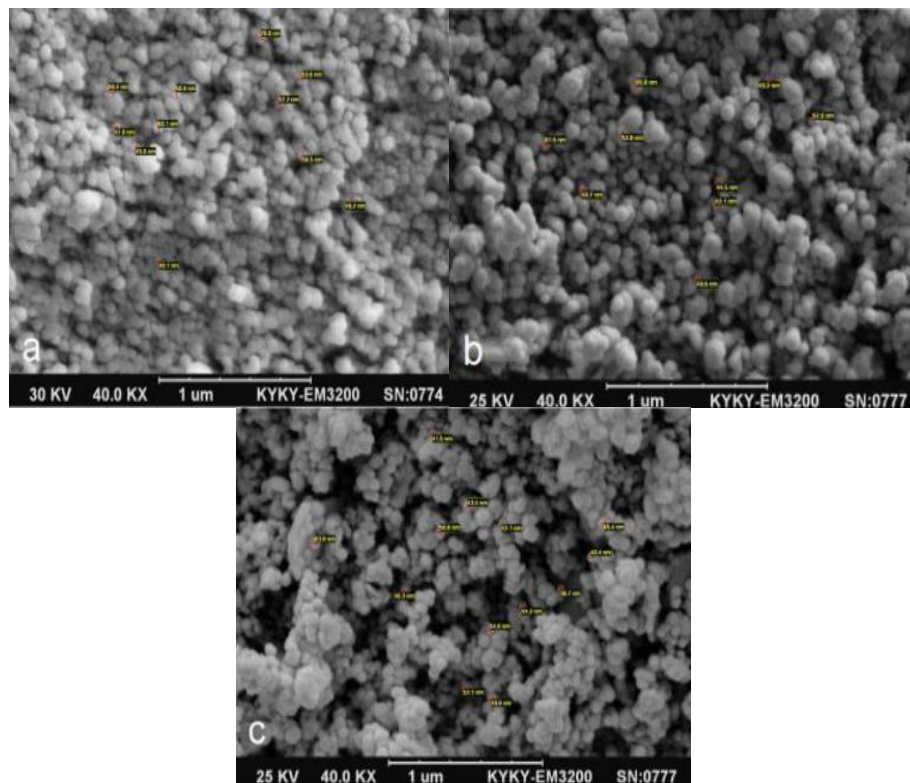
Berdasarkan penelitian Shamim A., 2019, menggunakan bahan kimia, yaitu nikel(ii)nitrat heksahidrat dan natrium hidroksida 0,5M, ditandai dengan warna hijau. Dari penelitian tersebut menghasilkan produk dengan ukuran partikelnya dibawah 100 nm dan menurut data XRD menunjukkan NiO nanopartikel murni tanpa 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