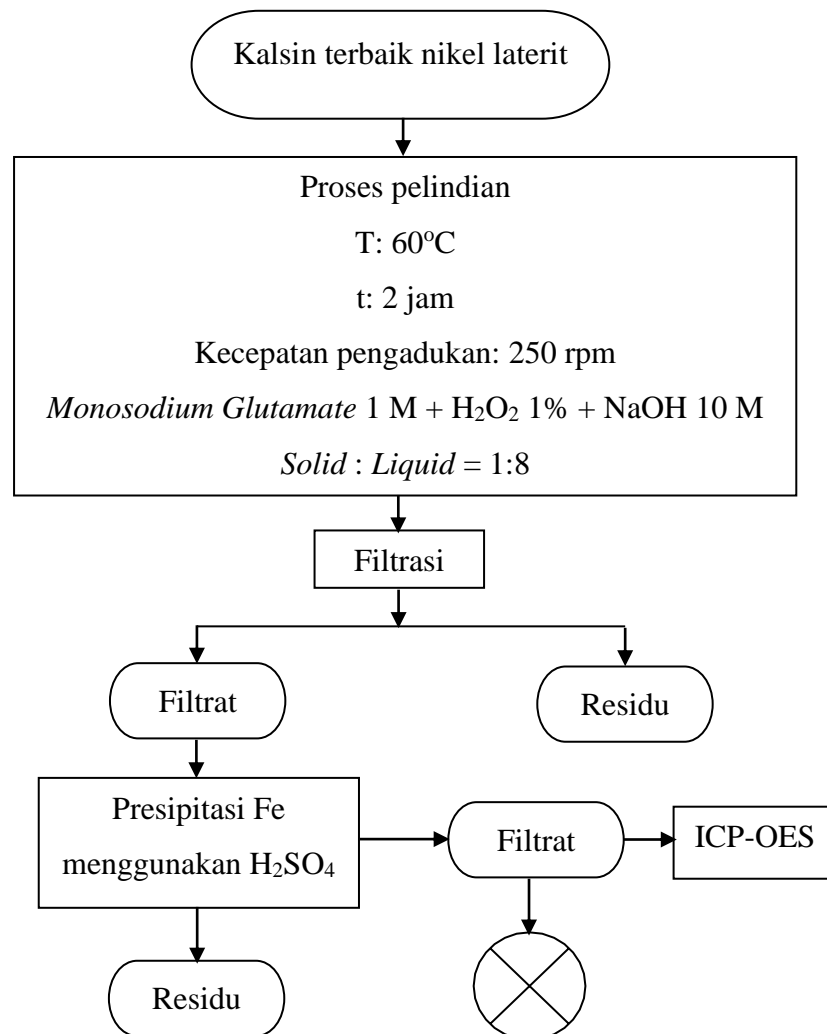
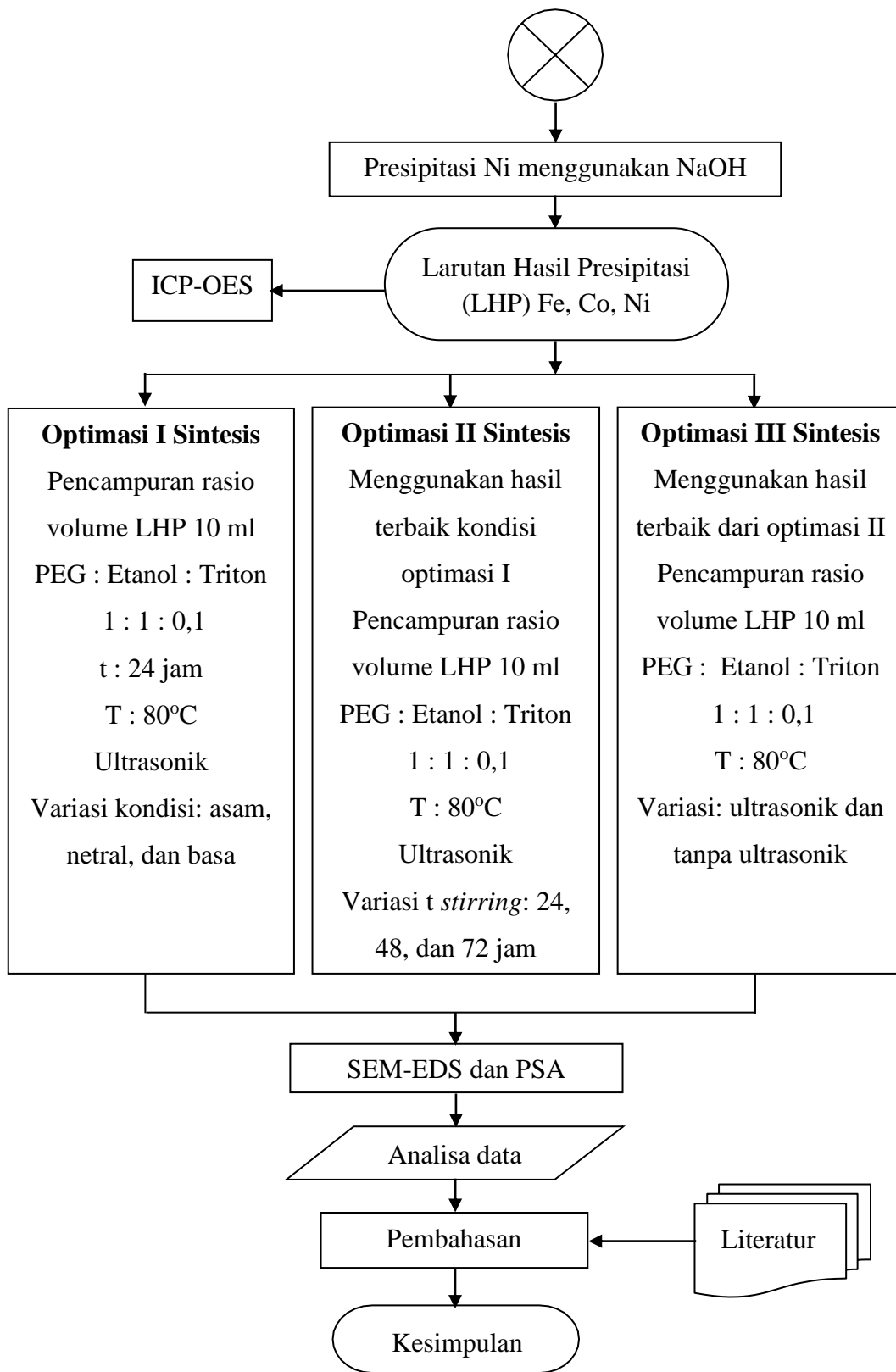


BAB III METODE PENELITIAN

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.



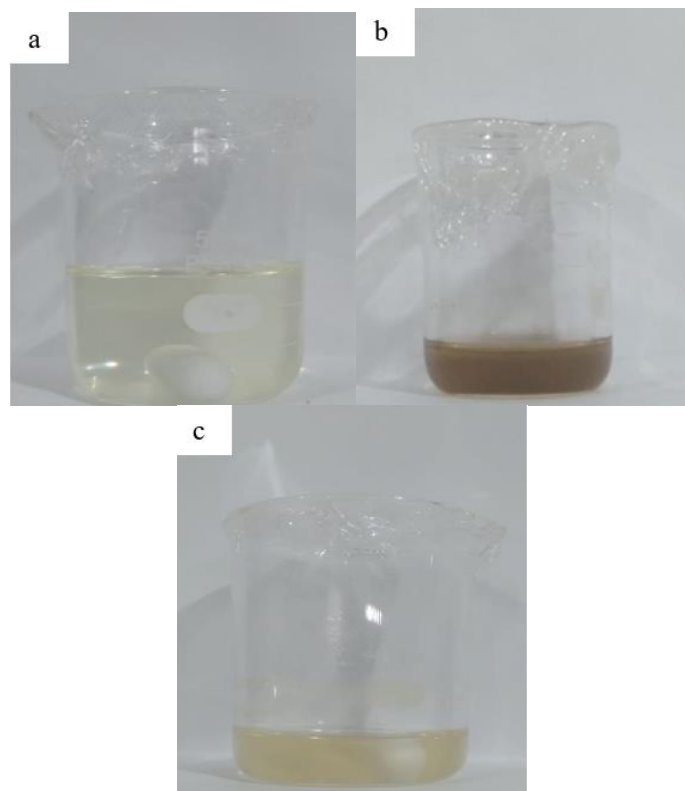
Gambar 3.6 Hasil Presipitasi Ni Menggunakan NaOH

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.

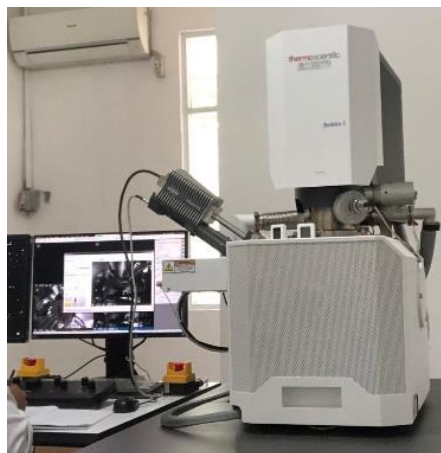


Gambar 3.7 Sintesis Nanopartikel Nikel Menggunakan Metode Sol-Gel Kondisi a.) Asam, b.) Basa, c.) Netral

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.