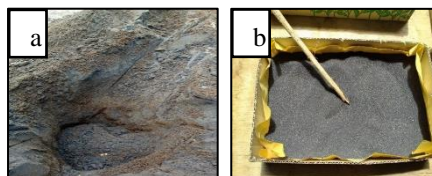


Pengisian poin C sampai dengan poin H mengikuti template berikut dan tidak dibatasi jumlah kata atau halaman namun disarankan ringkas mungkin. Dilarang menghapus/modifikasi template ataupun menghapus penjelasan di setiap poin.

C. HASIL PELAKSANAAN PENELITIAN: Tuliskan secara ringkas hasil pelaksanaan penelitian yang telah dicapai sesuai tahun pelaksanaan penelitian. Penyajian meliputi data, hasil analisis, dan capaian luaran (wajib dan atau tambahan). Seluruh hasil atau capaian yang dilaporkan harus berkaitan dengan tahapan pelaksanaan penelitian sebagaimana direncanakan pada proposal. Penyajian data dapat berupa gambar, tabel, grafik, dan sejenisnya, serta analisis didukung dengan sumber pustaka primer yang relevan dan terkini.

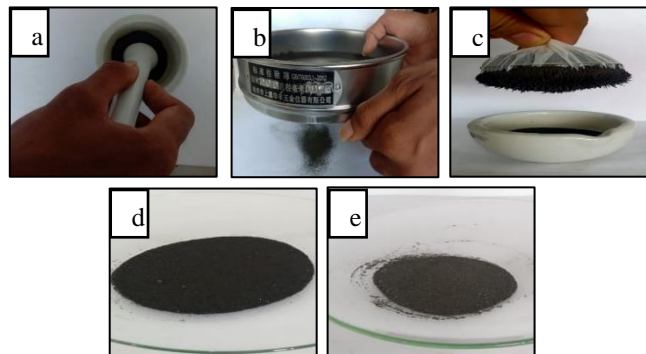
1. Preparasi Serbuk Pasir Besi

Pasir besi diambil dari pantai Hais dengan kedalaman sekitar 50 cm untuk mengurangi adanya pengotor di pasir besi yang diperoleh khususnya dibagian permukaan pasir pantai. Pasir besi yang telah dikumpulkan kemudian dicuci dengan air mengalir dan dikeringkan di bawah sinar matahari untuk mengurangi kandungan air dalam pasir besi tersebut. Pasir besi yang diperoleh memiliki warna hitam keabu-abuan, seperti yang tampak pada Gambar 1.



Gambar 1. Kondisi fisik pasir besi pantai Hais

Gambar di atas menunjukkan bahwa pasir besi dalam kondisi basah lebih padat/terkumpul (Gambar 1a), sedangkan setelah kering (Gambar 1b), material tampak terurai dan lebih halus. Selain itu, selama proses pengambilan pasir besi, material-material lain juga terikut. Hal ini tampak pada Gambar 1a dimana terdapat warna yang berbeda, kuning kecoklatan dan hitam mengkilap. Pasir besi yang telah kering (Gambar 1b) selanjutnya dilakukan proses penggerusan, pengayakan dan proses pemisahan pasir besi yang ditarik serta yang tidak dapat ditarik oleh magnet permanen, dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Tahapan memperoleh serbuk pasir besi: (a) Proses penggerusan, (b) proses pengayakan, (c) proses penarikan dengan magnet permanen, (d) pasir besi yang ditarik magnet, dan (e) pasir besi yang tidak ditarik magnet

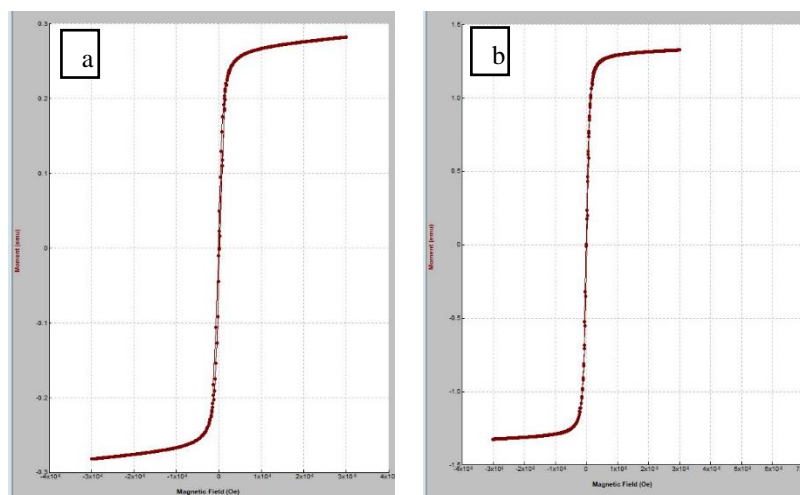
Serbuk pasir besi sebelum dan sesudah ditarik magnet dikarakterisasi dengan *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengidentifikasi unsur dan senyawa yang terkandung dalam pasir besi. Adapun kandungan unsur dan senyawa yang terdapat pada pasir besi Pantai Hais, Kecamatan Belang Kabupaten Minahasa Tenggara Sulawesi Utara tersaji pada Tabel 1.

Tabel 1. Kandungan oksida-oksida yang terdapat pada pasir besi Pantai Hais, Kecamatan Belang, Kabupaten Minahasa Tenggara, Provinsi Sulawesi Utara

| Oksida | Konsentrasi (%) | |
|------------------------------------|------------------------|------------------------|
| | Sebelum ditarik magnet | Setelah ditarik magnet |
| Al ₂ O ₃ | 8 | 4,7 |
| SiO ₂ | 18,4 | 18,7 |
| P ₂ O ₅ | 0.40 | 0.44 |
| K ₂ O | 0,42 | 0,40 |
| CaO | 2,90 | 2,94 |
| TiO ₂ | 5,92 | 6,09 |
| V ₂ O ₅ | 0.52 | 0.53 |
| Cr ₂ O ₃ | 0.10 | 0.11 |
| MnO | 0,32 | 0,33 |
| Fe₂O₃ | 62,15 | 65,02 |
| Br | 0.15 | 0.16 |
| Rb ₂ O | 0,19 | 0,20 |
| Eu ₂ O ₃ | 0,47 | 0,50 |
| Re ₂ O ₇ | 0,28 | 0,33 |
| CuO | 0,46 | - |
| ZnO | 0,01 | - |

Dari tabel di atas tampak bahwa oksida tertinggi yang terdapat pada pasir besi adalah Fe₂O₃, baik yang dapat ditarik magnet maupun yang tidak ditarik magnet permanen, masing-masing sebesar 62,15% dan 65,02%. Ini menunjukkan bahwa pengaruh penggunaan magnet meningkatkan kandungan oksida Fe₂O₃ dalam sampel yang akan digunakan dalam penelitian selanjutnya.

Berdasarkan hasil karakterisasi pasir besi dengan alat *vibrating sample magnetometer* (VSM) (data histeresis magnetik) menunjukkan bahwa pasir besi sebelum ditarik magnet memiliki pola yang mirip, antara pasir besi sebelum dan setelah ditarik magnet permanen, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3 berikut.



Gambar 3. Perbandingan pola histeresis sampel pasir besi sebelum dan setelah ditarik magnet permanen

Gambar di atas menunjukkan bahwa meskipun memiliki pola histeresis yang sama dan memiliki sifat magnet, namun tampak bahwa momen magnet (emu) pasir besi setelah ditarik magnet permanen memiliki nilai yang relatif lebih besar (tinggi) dibandingkan sampel pasir besi sebelum ditarik magnet.

Selain itu, sampel pasir besi juga dianalisis sifat suseptibilitas magnetik yang diukur dengan Bartington MS2 Magnetic Susceptibility Meter dengan MS2B dual frequency sensor, seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2 berikut.

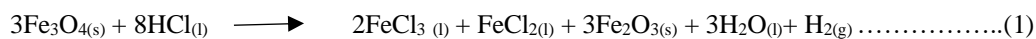
Tabel 2. Nilai suseptibilitas magnetik pasir besi, sebelum dan setelah ditarik magnet permanen

| NO | KODE | massa | massa | volume | ρ | fd | kff(10 ⁻⁵) | khf(10 ⁻⁵) | γff (10 ⁻⁶) | γhf (10 ⁻⁶) | γff | γhf | γfd | (X-RATA) ² | |
|----------------|------|-------|----------|---------|---------|------|------------------------|------------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|-------------|-------------|-------------|-----------------------|-------------|
| | | (g) | (kg) | | | | (10 ⁻⁵) | (10 ⁻⁵) | (10 ⁻⁶ m ³ /kg) | (10 ⁻⁶ m ³ /kg) | | | | | (%) |
| 1 | AA | 12,20 | 0,012195 | 0,00001 | 1219,50 | 2 | 7067,3 | 6926 | 57,95243952 | 56,79376794 | 5795,243952 | 5679,376794 | 1,999349115 | 770178,0104 | |
| 2 | BB | 10,12 | 0,010121 | 0,00001 | 1012,10 | 7,41 | 7641,8 | 7075,8 | 75,5043968 | 69,91206403 | 7550,43968 | 6991,206403 | 7,406631945 | 770178,0104 | |
| RATA-RATA | | | | | | | | | 66,72841816 | 63,35291598 | 6672,841816 | 6335,291598 | 4,70299053 | Σ | 1540356,021 |
| NILAI MINIMAL | | | | | | | | | 57,95243952 | 56,79376794 | 5795,243952 | 5679,376794 | 1,999349115 | Deviasi | 182,9918043 |
| NILAI MAKSIMAL | | | | | | | | | 75,5043968 | 69,91206403 | 7550,43968 | 6991,206403 | 7,406631945 | KK% | 0,011879838 |

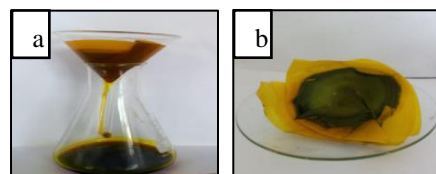
Tabel di atas menunjukkan bahwa nilai suseptibilitas magnetik pasir besi setelah ditarik magnet relatif lebih besar dibandingkan suseptibilitas magnetik pasir besi sebelum ditarik magnet. Informasi ini menunjukkan bahwa sampel pasir besi setelah ditarik magnet permanen memiliki sifat kemagnetan yang relatif lebih besar.

2. Sintesis Magnetik (Fe₃O₄) dari Pasir Besi Menggunakan Metode Kopersipitasi.

Serbuk pasir besi yang dapat ditarik magnet digunakan dalam proses sintesis nanopartikel Fe₃O₄ PEG-6000. Sebanyak 20 gram serbuk pasir besi tersebut dicampurkan dengan 40 mL HCl 12 M. Proses ini dilakukan untuk mendapatkan senyawa FeCl₂ dan FeCl₃ yang selanjutnya akan digunakan dalam tahap kopersipitasi. Adapun



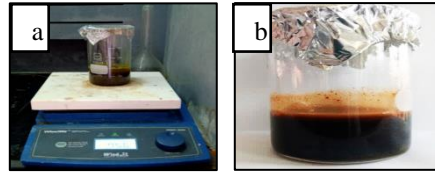
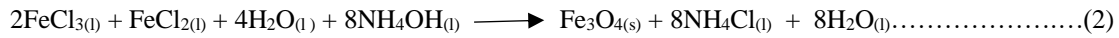
Produk hasil pencampuran berwarna coklat tua kehitaman dan juga terdapat suatu endapan. Hasil pencampuran tersebut kemudian disaring untuk memisahkan endapan dengan filtratnya. Filtrat yang didapatkan berwarna coklat kehitaman, warna tersebut menunjukkan bahwa terdapat senyawa- senyawa besi klorida (Gambar 3a). Larutan besi klorida dengan konsentrasi tinggi memiliki warna coklat yang lebih gelap, memberikan indikasi yaitu pada larutan tersebut kaya akan kandungan ion Fe³⁺ sedangkan dalam larutan yang berkonsentrasi lebih rendah memiliki warna yang cenderung kuning. Hal ini disebabkan pada larutan besi klorida konsentrasi lebih rendah terjadi reaksi hidrolisis akibat penambahan H₂O dimana ion Fe³⁺ yang lebih reaktif akan cenderung menuju kestabilan menjadi ion Fe²⁺ (Adaikkalam *et al.*, 2002). Sementara itu, endapan yang tertinggal memiliki warna berupa coklat kehijauan, dimana endapan tersebut diduga mengandung senyawa hematit (Fe₂O₃) dan juga adanya kandungan ion Fe³⁺ (Siskawati *et al.*, 2018) (Gambar 3b). Filtrat yang mengandung besi klorida tersebut digunakan dalam tahapan kopersipitasi. Adapun produk reaksi dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Proses pembentukan ion-ion Fe: a. Penyaringan hasil pencampuran serbuk pasir besi dan HCl b. Endapan pencampuran serbuk pasir besi dan HCl

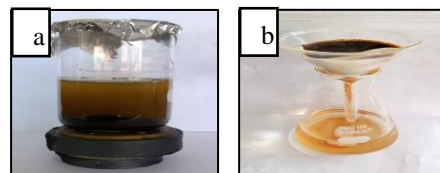
Filtrat yang didapatkan kemudian dicampurkan dengan PEG 6000, dimana PEG 6000 ini telah dicairkan terlebih dahulu dengan cara dipanaskan. Bentuk awal dari PEG 6000 adalah berupa serbuk kristal yang kemudian dipanaskan dengan suhu ± 65⁰C selama ± 15 menit untuk mencairkan PEG 6000 tersebut. Campuran filtrat dengan PEG 6000 kemudian diaduk dengan kecepatan pengadukan sebesar 375 RPM selama 40 menit pada suhu 70⁰C dengan tujuan untuk menghomogenkan campuran tersebut. Penggunaan PEG 6000 dimaksudkan untuk menstabilkan ukuran nanopartikel Fe₃O₄ yang akan terbentuk ketika dilakukan tahapan kopersipitasi dengan larutan amonium klorida (NH₄OH) 25%. Larutan besi klorida dengan PEG 6000 yang terbentuk kemudian

diendapkan menggunakan larutan NH₄OH. Pemilihan NH₄OH sebagai agen pengendap karena telah terbukti dapat menghasilkan ukuran yang lebih seragam dibandingkan dengan agen pengendap lainnya (Peternele *et al.*, 2014). Menurut Perdana *et al.* (2010), reaksi kopresipitasi yang terjadi, dinyatakan dalam Persamaan 2 dan proses pencampurannya tersaji pada Gambar 5.



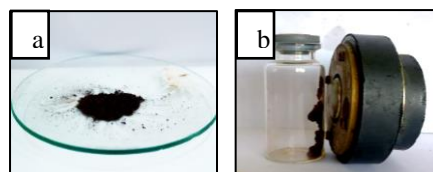
Gambar 5. Proses pembentukan Fe₃O₄: a. Proses pecampuran filtrat, PEG 6000 dan NH₄OH, b. Hasil pencampuran filtrat, PEG 6000 dan NH₄OH

Reaksi kimia yang terjadi dalam tahap kopresipitasi menghasilkan endapan Fe₃O₄ dan endapan ini memiliki warna hitam (Gambar 5b). Produk hasil reaksi ini memiliki warna yang relatif sama untuk tiap variasi penambahan PEG 6000, baik 1:3, 1:4, dan 1:5 (v/v). Endapan berwarna hitam ini selanjutnya dicuci dengan aquades untuk memisahkannya dari zat pengotor (Gambar 6). Dalam proses pencucian diawali dengan menambahkan aquades ke dalam produk reaksi, setelah itu magnet permanen ditempatkan di bawah gelas dengan tujuan bisa menarik Fe₃O₄ supaya mengendap lebih cepat (Gambar 6a). Bila sudah terjadi endapan di dasar gelas, larutan yang berada di atas endapan tersebut dikurangi secara perlahan dengan cara dipipet agar endapan kental yang berada di bawah gelas (Fe₃O₄) tidak ikut terbuang. Untuk mengambil endapan kental tersebut dilakukan proses penyaringan diikuti dengan proses pencucian dengan aquades berulang-ulang hingga pH filtrat = 7 (Gambar 6b). Proses pencucian ini dimaksudkan juga untuk memisahkan produk NH₄Cl yang terbentuk dan kemungkinan larutan NH₄OH yang masih ada pada endapan. Pada dasarnya kedua senyawa tersebut mudah larut dalam air sehingga mudah untuk dipisahkan dalam proses pencucian dengan aquades.



Gambar 6. Proses pencucian Fe₃O₄: a. Magnet permanen ditempatkan dibawah hasil reaksi, b. Proses pencucian produk reaksi dan diikuti dengan penyaringan.

Setelah filtrat pencucian mencapai pH = 7, diharapkan bahwa endapan yang tertinggal telah bersih dari sisa larutan NH₄OH dan NH₄Cl. Endapan yang diperoleh tersebut, dilanjutkan ke tahapan pengeringan pada suhu 70°C selama 2 jam. Setelah melalui proses pengeringan, produk hasil sintesis nanopartikel Fe₃O₄-PEG 6000 berupa serbuk berwarna hitam (Gambar 7a) dan hasil ini mirip dengan yang dilaporkan oleh Bukit *et al.*, (2015). Serbuk berwarna hitam tersebut ternyata dapat ditarik jika didekatkan dengan magnet permanen yang menandakan adanya kandungan Fe₃O₄ (Gambar 7b). Hasil penelitian menunjukkan bahwa massa produk nanopartikel Fe₃O₄-PEG 6000 adalah 0,777 gram, 0,8812 gram dan 0,9206 gram masing-masing dari perbandingan filtrat : PEG 6000 1:3, 1:4 dan 1:5. Demikian pula massa nanopartikel Fe₃O₄ tanpa PEG 6000 adalah 0,6715 gram.

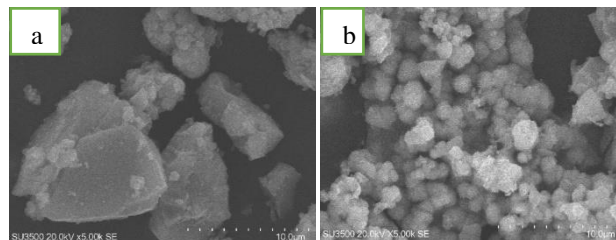


Gambar 7. Produk hasil pengeringan: a. Nanopartikel Fe₃O₄-PEG 6000, b. Nanopartikel Fe₃O₄ PEG-6000 yang diberi efek medan magnet

Hasil sintesis nanopartikel Fe₃O₄-PEG 6000 tersebut dikarakterisasi dengan XRD, SEM-EDS serta diuji aktivitasnya sebagai adsorben logam Kadmium (Cd). Untuk melihat pengaruh penambahan PEG 6000 dalam sintesis nanopartikel Fe₃O₄, maka disintesis pula nanopartikel Fe₃O₄ tanpa PEG 6000 dengan prosedur, karakterisasi serta uji aktivitas yang sama.

2.1. Analisis Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS)

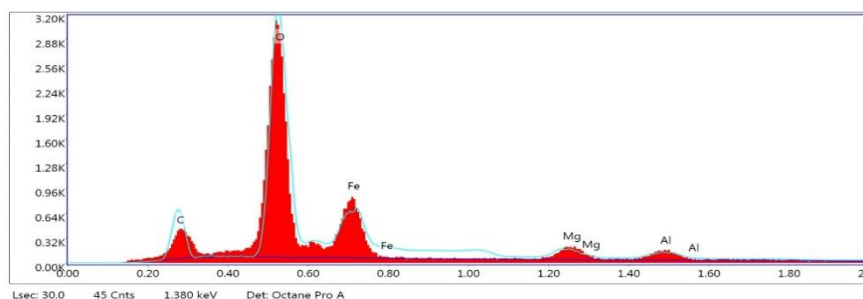
Pengamatan morfologi hasil sintesis nanopartikel Fe₃O₄-PEG 6000 dan nanopartikel Fe₃O₄ tanpa PEG 6000 dilakukan dengan menggunakan SEM dengan perbesaran 5000 kali. Hasil karakterisasinya dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Citra SEM dari sampel hasil nanopartikel Fe₃O₄ tanpa PEG 6000, b. Nanopartikel Fe₃O₄-PEG 6000 dari hasil variasi 1:5 (v/v)

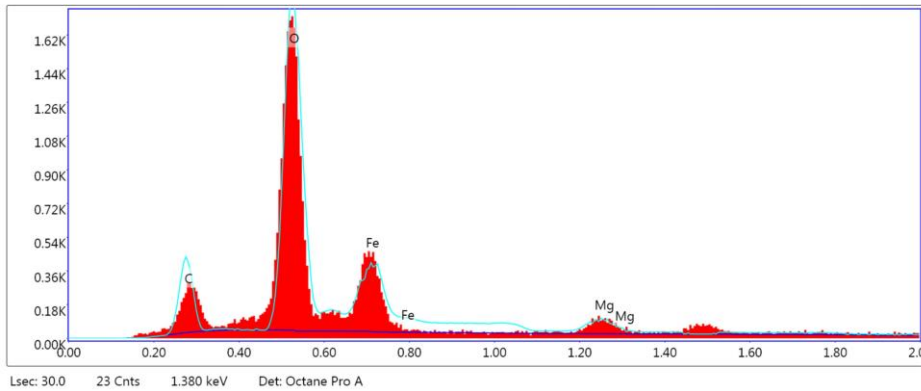
Dari hasil pengamatan SEM, tampak bahwa morfologi nanopartikel Fe₃O₄-PEG 6000 dan nanopartikel Fe₃O₄ tanpa PEG 6000 ternyata memiliki perbedaan. Untuk hasil nanopartikel Fe₃O₄ tanpa PEG 6000 memiliki bentuk yang lebih besar dibandingkan dengan nanopartikel Fe₃O₄-PEG 6000. Hal ini dapat disebabkan karena adanya aglomerasi yang terjadi pada produk nanopartikel Fe₃O₄ tanpa PEG 6000. Adanya penambahan PEG 6000 sebagai agen penstabil ukuran maka dapat menghalangi terjadinya aglomerasi, dikarenakan PEG 6000 terjebak pada permukaan partikel-partikel Fe₃O₄. Produk nanopartikel Fe₃O₄-PEG 6000 yang dihasilkan memiliki bentuk yang relatif seragam dan ini sama seperti yang dilaporkan oleh Perdana *et al.*, 2013.

Dalam mengidentifikasi banyaknya Fe yang terkandung dalam hasil nanopartikel Fe₃O₄ tanpa PEG 6000 dan dengan PEG 6000 digunakan pula EDS. Dari hasil karakterisasi EDS ternyata kandungan Fe pada nanopartikel Fe₃O₄-PEG 6000 relatif lebih tinggi jika dibandingkan dengan nanopartikel Fe₃O₄ tanpa PEG, masing-masing sebesar 21.2% dan 18.1%. Adapun data EDS tersaji pada Gambar 9 dan 10 berikut.



| Element | Weight % | Atomic % | Net Int. | Error % | Kratio | Z | A | F |
|---------|----------|----------|----------|---------|--------|--------|--------|--------|
| C K | 11.9 | 18.2 | 219.3 | 7.9 | 0.0992 | 1.1393 | 0.7319 | 1.0000 |
| O K | 59.3 | 68.1 | 1545.6 | 5.7 | 0.5638 | 1.0643 | 0.8936 | 1.0000 |
| FeL | 18.1 | 6.0 | 131.3 | 12.9 | 0.1125 | 0.7539 | 0.8223 | 1.0000 |
| MgK | 5.8 | 4.4 | 86.5 | 12.5 | 0.0497 | 0.9506 | 0.9057 | 1.0014 |
| AlK | 4.9 | 3.3 | 61.1 | 15.6 | 0.0419 | 0.9091 | 0.9364 | 1.0012 |

Gambar 9. Spektrum EDS nanopartikel Fe₃O₄ tanpa PEG 6000



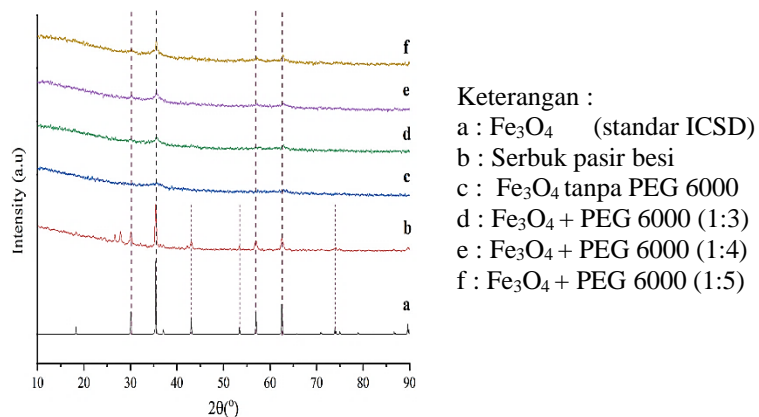
| Element | Weight % | Atomic % | Net Int. | Error % | Kratio | Z | A | F |
|---------|----------|----------|----------|---------|--------|--------|--------|--------|
| C K | 13.1 | 20.1 | 131.9 | 8.3 | 0.1142 | 1.1408 | 0.7622 | 1.0000 |
| O K | 59.8 | 68.5 | 816.5 | 5.8 | 0.5700 | 1.0658 | 0.8944 | 1.0000 |
| FeL | 21.2 | 7.0 | 79.9 | 13.0 | 0.1310 | 0.7551 | 0.8184 | 1.0000 |

Gambar 10. Spektrum EDS nanopartikel Fe₃O₄-PEG 6000

Tampak bahwa kandungan besi (Fe) yang terdapat pada produk Fe₃O₄-PEG 6000 relatif lebih tinggi dibandingkan produk Fe₃O₄ tanpa PEG 6000. Informasi ini menunjukkan bahwa PEG 6000 berperan dalam menjerap ion-ion Fe sehingga banyak tertahan oleh molekul PEG 6000 dan akibatnya kandungan ion Fe relatif lebih banyak. Berdasarkan data EDS ini juga, selain unsur Fe terdapat unsur-unsur C, O, Mg dan Al. Keempat unsur ini merupakan unsur-unsur yang berasal senyawa PEG 6000 (C dan O) maupun senyawa-senyawa yang membentuk kompleks dengan Fe.

2.2. Analisis X-Ray Diffractometry (XRD)

Analisis XRD dilakukan untuk membuktikan telah terbentuknya partikel-partikel Fe₃O₄ dari sumbernya yaitu serbuk pasir besi. Pola difraktogram produk Fe₃O₄ ditunjukkan pada Gambar 11 dan data daerah 2θ untuk standar Fe₃O₄, Fe₃O₄ tanpa PEG 6000 dan dengan PEG 6000 dirangkumkan dalam Tabel 3.



Gambar 11. Difraktogram Nanopartikel Fe₃O₄

Gambar 11 menunjukkan bahwa produk Fe₃O₄, baik menggunakan PEG 6000 maupun tanpa PEG 6000, memiliki daerah 2θ yang relatif sama. Informasi ini menunjukkan bahwa produk hasil sintesis berhasil disintesis dari sumber pasir besi. Selain itu, bila melihat difraktogram serbuk pasir besi (Gambar 11b), terdapat banyak sekali puncak-puncak di daerah 2θ dan informasi ini menunjukkan bahwa di dalam pasir besi banyak sekali logam atau oksida logam.

Tabel 3. Perbandingan Daerah $2\theta(^{\circ})$

| Fe_3O_4 (Standar) $2\theta(^{\circ})$ | Serbuk pasir besi | Fe_3O_4 Tanpa PEG 6000 | Sampel Fe_3O_4 | | |
|---|-------------------|---|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|
| | | | (1 : 3) $2\theta(^{\circ})$ | (1 : 4) $2\theta(^{\circ})$ | (1 : 5) $2\theta(^{\circ})$ |
| 30.2680 | 30.1492 | 30.1674 | 30.3352 | 30.2818 | 30.2644 |
| 35.6329 | 35.7593 | 35.5647 | 35.5283 | 35.6906 | 35.5385 |
| 43.4231 | 45.4846 | | | | |
| 54.0551 | 54.0678 | | | | |
| 57.4496 | 56.8511 | 56.9889 | 58.9237 | 57.20101 | 57.7989 |
| 62.7677 | 62.4903 | 62.6157 | 62.8567 | 63.0856 | 62.9483 |

Difraktogram XRD hasil penelitian ini dibandingkan dengan data standar dari *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD). Daerah 2θ untuk senyawa Fe_3O_4 standar dari ICSD No. 20596 memiliki 6 puncak tertinggi/dominan (Tabel 3). Demikian pula serbuk pasir besi (yang sudah diayak 200 mesh dan belum ditarik magnet permanen) juga menunjukkan 6 puncak dominan dengan daerah 2θ yang mirip dengan Fe_3O_4 standar dari ICSD No. 20596. Namun demikian, sampel Fe_3O_4 dengan dan tanpa PEG 6000 menunjukkan hanya memiliki 4 puncak pada daerah 2θ tertentu disekitar 30.1° - 30.3° , $35,5^{\circ}$ - $35,6^{\circ}$, $56,9^{\circ}$ - $58,9^{\circ}$ dan $62,7^{\circ}$ - 63° . Daerah 2θ ini merupakan titik puncak senyawa Fe_3O_4 dan daerah ini mirip dengan data Fe_3O_4 dari ICSD No. 20596. Daerah 2θ yang lain tidak muncul dimungkinkan karena konsentrasi Fe_3O_4 pada sampel relatif sedikit yang ditandai dengan intensitas tiap daerah 2θ relatif redah dibandingkan dengan standar. Untuk menghitung ukuran nanopartikel Fe_3O_4 pada sampel menggunakan persamaan Scherrer berdasarkan data *Full Width at Half Maximum* (FWHM) dan hasilnya tersaji pada Tabel 4.

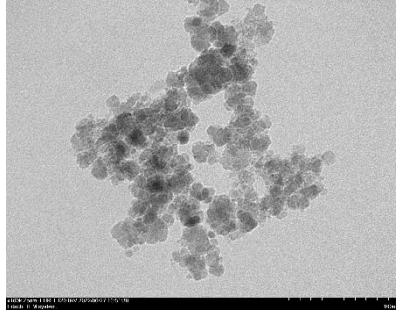
Tabel 4. Ukuran kristalit nanopartikel Fe_3O_4 -PEG 6000 serta Fe_3O_4 tanpa PEG 6000

| Perbandingan Volume Filtrat:PEG 6000 | D (nm) Fe_3O_4 |
|---|-----------------------------------|
| Tanpa PEG | 55.674 |
| 1:3 | 9.334 |
| 1:4 | 6.458 |
| 1:5 | 4.382 |

Tabel 4 menunjukkan bahwa ukuran kristalit nanopartikel Fe_3O_4 -PEG 6000 mengalami penurunan secara linear dengan adanya penambahan PEG 6000. Dengan penambahan PEG 6000 pula dapat menurunkan ukuran partikel Fe_3O_4 dibandingkan dengan sintesis nanopartikel Fe_3O_4 tanpa adanya penambahan PEG 6000. Hal ini disebabkan karena PEG 6000 merupakan sebuah oligomer yang mempunyai rantai seragam pendek, dapat dengan mudah diserap pada permukaan koloid metal oksida dalam hal ini Fe_3O_4 . Salah satu ujung rantai PEG 6000 yang bersifat hidrofilik akan menempel pada permukaan koloid magnetit dan ujung yang bersifat hidrofobik (menolak air). Pelapisan oleh PEG 6000 pada permukaan koloid menyebabkan pertumbuhan partikel-partikel Fe_3O_4 terhambat karena ruang gerak partikel-partikel tersebut terhalang dengan adanya PEG 6000. Oleh karena itu partikel-partikel Fe_3O_4 yang dihasilkan memiliki ukuran kecil yaitu berukuran nano (Perdana *et al.*, 2013; Mahmuda *et al.*, 2014).

2.3. Analisis *Transmission Electron Microscopi* (TEM) nanopartikel Fe_3O_4 -PEG 6000

Sampel produk Fe_3O_4 yang telah dihasilkan dengan bantuan PEG 6000, dikarakterisasi dengan TEM untuk mengetahui profil permukaan sampel serta ukuran produk Fe_3O_4 yang dihasilkan, seperti tersaji pada Gambar 12. Tampak bahwa ukuran produk Fe_3O_4 -PEG 6000 dibawah 100 nm, sesuai skala gambar TEM 100. Berdasarkan data dari XRD maka foto TEM ini telah sesuai yaitu di bawah 100 nm.

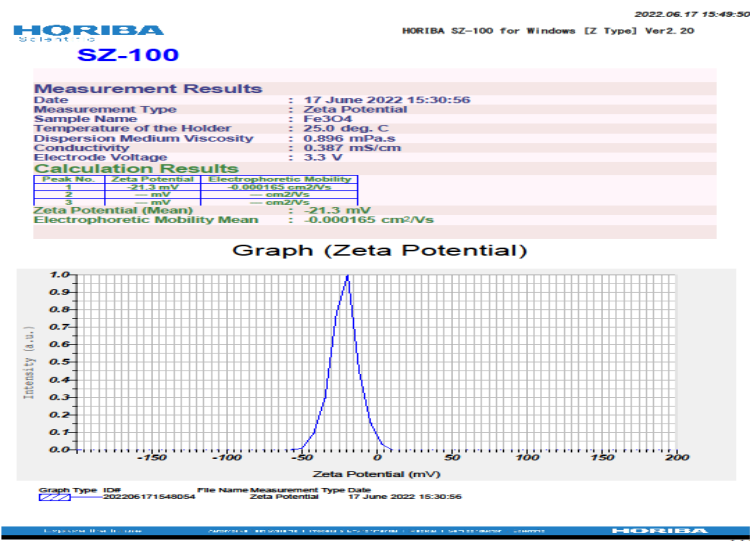


Gambar 12. Profil TEM dari nanopartikel Fe_3O_4 -PEG 6000 (1:5)

2.4. Analisis Zeta Potensial nanopartikel Fe_3O_4 -PEG 6000

Zeta Potential adalah parameter muatan listrik antara partikel koloid. Yang disebut sebagai zeta potensial adalah area yang menunjukkan adanya beda potensial antara *Stern Layer* dan *Difuse Layer* dari koloid. Zeta potensial merupakan akumulasi dari jumlah muatan yang terdapat pada permukaan partikel sampai lapisan terluar dari partikel tersebut. zeta potensial ditentukan oleh tepi buble, biasanya zeta potensial berada pada rentang ± 30 mV. Semakin tinggi nilai potensial zeta maka akan semakin mencegah terjadinya flokulasi/peristiwa penggabungan koloid dari yang kecil menjadi besar. Dengan mengurangi nilai potensial zeta maka memungkinkan partikel untuk saling tarik menarik dan terjadi flokulasi. Semakin kecil zeta potensial, semakin tipis lapisan ini dan semakin besar kemungkinan partikel-partikel tersebut dapat bersatu. Zeta potensial yang tinggi akan menghasilkan koloid yang sangat stabil.

Berdasarkan hasil penelitian menunjukkan bahwa nilai zeta potensialnya sebesar $-21,3$ mV (Gambar 13). Angka ini menunjukkan bahwa produk nanopartikel Fe_3O_4 -PEG 6000 yang dihasilkan menunjukkan sifat partikel yang mudah bersatu dan menggumpal.



Gambar 13. Profil Zeta Potensial dari nanopartikel Fe_3O_4 PEG 6000

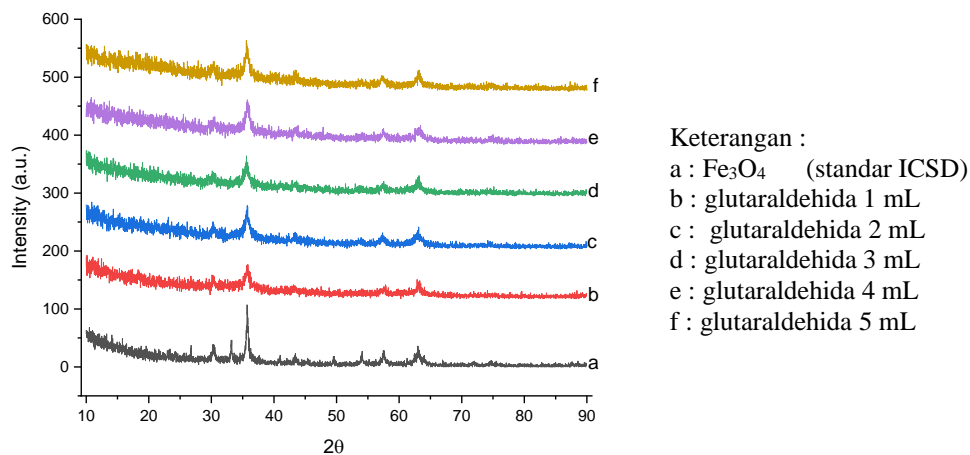
3. Produksi Nanokomposit $\text{Ag}/\text{Fe}_3\text{O}_4$ yang Terenkapsulasi Kitosan-Glutaraldehida

Dalam memproduksi nanokomposit $\text{Ag}/\text{Fe}_3\text{O}_4$ yang terenkapsulasi di dalam kitosan-glutaraldehida maka didahului dengan sintesis Fe_3O_4 /kitosan/glutaraldehida, Ag /kitosan/glutaraldehida dan diakhiri dengan sintesis $\text{Ag}/\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan/glutaraldehida. Adapun tahapan sintesisnya dapat dijelaskan di bawah ini.

3.1. Sintesis Nanopartikel Fe₃O₄ terenkapsulasi kitosan/glutaraldehida (Fe₃O₄/kitosan/glutaraldehida)

Sebanyak 1,05 g kitosan dilarutkan dalam 60 mL asam asetat 2% dan diaduk selama 2 jam pada suhu kamar dengan kecepatan pengadukan 700 rpm. Selanjutnya, sebanyak 3 mL glutaraldehida dimasukkan ke dalamnya dan diaduk kembali selama 2 jam pada kecepatan pengadukan 700 rpm. Ke dalam larutan tersebut dimasukkan kembali sebanyak 1,5 g Fe₃O₄ (magnetit), diaduk kembali selama 2 jam pada kecepatan pengadukan 700 rpm. Setelah selesai, ke dalam larutan tersebut ditetesi larutan NaOH 3 M tetes demi tetes sambil diaduk hingga mencapai pH 14 dan terbentuk endapan coklat. Dengan cara yang sama dilakukan untuk variasi volume larutan glutaraldehida, yaitu 6, 9, 12, dan 15 mL. Selanjutnya, larutan ini disaring dan dicuci dengan akuades hingga pH larutannya netral dan endapannya dioven selama 48 jam pada 40°C.

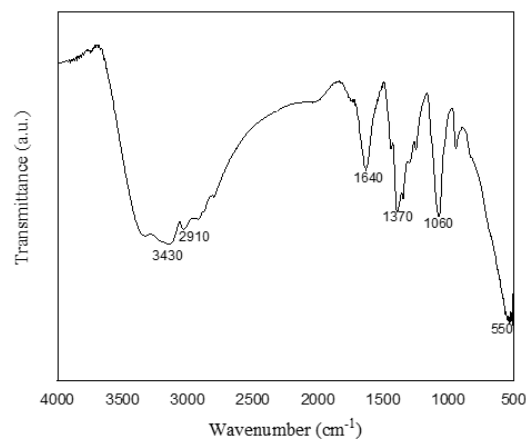
Hasil penelitian menghasilkan produk yaitu serbuk coklat dengan massa 2,4468g; 5,7350 g; 3,8649 g; 3,3700 g, dan 3,6801 g, masing-masing dari variasi volume larutan glutaraldehida yaitu 3 mL, 6 mL, 9 mL, 12 mL, dan 15 mL. Produk hasil sintesis ini dikarakterisasi dengan XRD dan hasilnya dapat dilihat pada Gambar 14.



Gambar 14. Difraktogram Fe₃O₄/kitosan/glutaraldehida pada berbagai variasi volume glutaraldehida

Gambar di atas menunjukkan bahwa semua produk hasil sintesis memiliki pola yang sama dan umumnya memiliki 4 puncak utama, yaitu pada daerah 2θ : 30,2°; 35,7°; 57,4°; dan 63,1°. Bila melihat daerah 2θ ini dan dibandingkan dengan daerah 2θ dari standar ICSD no 27898 maka dapat dipastikan bahwa produk adalah Fe₃O₄. Meskipun produk ini disintesis dengan penambahan kitosan dan glutaraldehida namun kedua bahan tersebut tidak memiliki daerah 2θ dan puncak/intensitas pada difraktogramnya.

Selanjutnya, produk Fe₃O₄/kitosan/glutaraldehida yang dihasilkan dikarakterisasi dengan FT-IR dan hasilnya tersaji pada Gambar 15.



Gambar 15. Spektrum FT-IR Fe₃O₄/kitosan/glutaraldehida

Pita yang diamati pada 3430 cm^{-1} , 2910 cm^{-1} , 1640 cm^{-1} , 1370 cm^{-1} , 1060 cm^{-1} , dan 550 cm^{-1} dianggap berasal dari O–H dan regangan N–H, regangan simetris C–H, vibrasi tekuk N–H, regangan C–N gugus residu N-asetil, vibrasi regangan C–O–C, dan ikatan Fe–O, masing-masing. Puncak pada 1660 cm^{-1} juga berhubungan dengan vibrasi ulur C=N yang timbul dari reaksi basa Schiff antara gugus amino kitosan dan gugus karbonil glutaraldehida.

3.2. Sintesis nanopartikel Ag terenkapsulasi kitosan/glutaraldehida (Ag/kitosan/glutaraldehida)

Sebanyak 1,05 g kitosan dilarutkan dalam 60 mL asam asetat 2% dan diaduk selama 2 jam pada suhu kamar dengan kecepatan pengadukan 700 rpm. Selanjutnya, sebanyak 3 mL glutaraldehida dimasukkan ke dalamnya dan diaduk kembali selama 2 jam pada kecepatan pengadukan 700 rpm. Ke dalam larutan tersebut dimasukkan kembali sebanyak 3 mL larutan AgNO_3 0,1 M, diaduk kembali selama 2 jam pada kecepatan pengadukan 700 rpm. Setelah selesai, ke dalam larutan tersebut ditetesi larutan NaOH 3 M tetes demi tetes sambil diaduk hingga mencapai pH 14 dan terbentuk endapan coklat. Dengan cara yang sama dilakukan untuk variasi volume larutan AgNO_3 , yaitu 6, 9, 12, dan 15 mL. Selanjutnya, larutan ini disaring dan dicuci dengan akuades dan endapannya dioven selama 48 jam pada 40°C .

Hasil penelitian menghasilkan produk yaitu serbuk coklat dengan massa 1,28 g; 1,41 g; 1,44 g; 1,47 g, dan 1,53 g, masing-masing dari variasi volume larutan AgNO_3 yaitu 3 mL, 6 mL, 9 mL, 12 mL, dan 15 mL. Produk hasil sintesis ini telah dikirim ke beberapa laboratorium untuk di karakterisasi, yaitu karakterisasi dengan Zeta potensial, TEM dan FT-IR di laboratorium Pusat Penelitian Nanosains dan Nanoteknologi ITB; karakterisasi dengan XRD di Laboratorium Sentral Mineral dan Material Maju FMIPA Universitas Negeri Malang (UNM), FT-IR dan SEM-EDS di Laboratorium Penelitian dan Pengujian Terpadu UGM (Gambar 16). Sementara itu, karakterisasi dengan *thermogravimetric Analysis/Differential scanning calorimetry* (TGA/DSC) belum dilakukan karena di beberapa universitas (ITB dan UNM), alat tersebut masih dalam masa perbaikan dan di universitas lain (UGM) tidak tersedia. Untuk membuktikan bahwa sampel telah dikirimkan ke beberapa universitas di atas, maka kami lampirkan bukti pengirimannya.



(a)

(b)

Gambar 16. Bukti pengiriman sampel ke (a) ITB dan (b) UNM

3.3. Sintesis Nanokomposit $\text{Ag/Fe}_3\text{O}_4$ terenkapsulasi kitosan/glutaraldehida ($\text{Ag/Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan/glutaraldehida)

Sebanyak 1 g kitosan dilarutkan dalam 60 mL asam asetat 2% dan diaduk selama 2 jam pada suhu kamar dengan kecepatan pengadukan 700 rpm. Selanjutnya, sebanyak 3 mL glutaraldehida dimasukkan ke dalamnya dan diaduk kembali selama 2 jam pada kecepatan pengadukan 700 rpm. Ke dalam larutan tersebut dimasukkan kembali sebanyak 3 mL larutan AgNO_3 0,1 M dan 0,5 g Fe_3O_4 , diaduk kembali selama 2 jam pada kecepatan pengadukan 700 rpm. Setelah selesai, ke dalam larutan tersebut ditetesi larutan NaOH 3 M tetes demi tetes sambil diaduk hingga mencapai pH 13 dan terbentuk endapan coklat. Dengan cara yang sama dilakukan untuk variasi volume larutan AgNO_3 , yaitu 6, 9, 12, dan 15 mL. Selanjutnya, larutan ini disaring dan dicuci dengan akuades dan endapannya dioven selama 48 jam pada 40°C .

Hasil penelitian menunjukkan bahwa ketika penambahan larutan NaOH 3 M, terbentuk endapan dan warna larutan putih. Namun, warna larutan ini segera hilang akibat pengadukan yang terus menerus dan menjadi bening kembali. Produk $\text{Ag/Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan/glutaraldehida yang dihasilkan ditimbang dan massa yang dihasilkan adalah 2,036 g; 1,85 g; 1,62 g; 1,50 g, dan 1,59 g, masing-masing dari variasi volume larutan AgNO_3 yaitu 3 mL, 6 mL, 9 mL, 12 mL, dan 15 mL. Produk hasil sintesis ini telah dikirim ke beberapa laboratorium untuk di karakterisasi, yaitu karakterisasi dengan Zeta potensial, TEM dan FT-IR di laboratorium Pusat Penelitian Nanosains dan Nanoteknologi ITB; karakterisasi dengan XRD di Laboratorium Sentral Mineral dan Material Maju FMIPA Universitas Negeri Malang (UNM), FT-IR dan SEM-EDS di Laboratorium Penelitian dan Pengujian Terpadu UGM. Sementara itu, karakterisasi dengan *thermogravimetric Analysis/Differential scanning*

calorimetry (TGA/DSC) belum dilakukan karena di beberapa universitas (ITB dan UNM), alat tersebut masih dalam masa perbaikan dan di universitas lain (UGM) tidak tersedia.

Untuk membuktikan bahwa sampel telah dikirimkan ke beberapa universitas di atas, maka kami lampirkan bukti pengirimannya dan pengiriman sampel ini dilakukan bersamaan dengan sampel hasil sintesis di atas dan bukti pengirimannya seperti yang ditunjukkan pada Gambar 16.

D. STATUS LUARAN: Tuliskan jenis, identitas dan status ketercapaian setiap luaran wajib dan luaran tambahan (jika ada) yang dijanjikan. Jenis luaran dapat berupa publikasi, perolehan kekayaan intelektual, hasil pengujian atau luaran lainnya yang telah dijanjikan pada proposal. Uraian status luaran harus didukung dengan bukti kemajuan ketercapaian luaran sesuai dengan luaran yang dijanjikan. Lengkapi isian jenis luaran yang dijanjikan serta unggah bukti dokumen ketercapaian luaran wajib dan luaran tambahan melalui BIMA.

Luaran yang dijanjikan dalam proposal penelitian adalah publikasi di jurnal internasional terindeks, jurnal nasional terakreditasi, publikasi pada prosiding pertemuan ilmiah internasional dan buku ajar. Hingga kini, luaran yang dijanjikan tersebut telah dikerjakan dan diselesaikan. Manuscript untuk publikasi ke jurnal internasional telah dikirim (submitted) ke Journal of Nanotechnology. Prosiding pertemuan ilmiah internasional telah dikirimkan (submitted) ke panitia penyelenggara Seminar Internasional ICON SMART 2022 untuk diperiksa oleh panitia dan akan diteruskan untuk dikirim ke AIP. Buku ajar (e-Book) KIMIA KOLOID ber-ISBN telah dicetak.

E. PERAN MITRA: Tuliskan realisasi kerjasama dan kontribusi Mitra baik *in-kind* maupun *in-cash* (untuk Penelitian Terapan, Penelitian Pengembangan, PTUPT, PPUPT serta KRUP). Bukti pendukung realisasi kerjasama dan realisasi kontribusi mitra dilaporkan sesuai dengan kondisi yang sebenarnya. Bukti dokumen realisasi kerjasama dengan Mitra unggah melalui BIMA.

Tidak ada

F. KENDALA PELAKSANAAN PENELITIAN: Tuliskan kesulitan atau hambatan yang dihadapi selama melakukan penelitian dan mencapai luaran yang dijanjikan, termasuk penjelasan jika pelaksanaan penelitian dan luaran penelitian tidak sesuai dengan yang direncanakan atau dijanjikan.

Kesulitan/hambatan utama yang dihadapi selama melakukan penelitian adalah:

1. Keterbatasan peralatan yang tersedia di laboratorium di Universitas Sam Ratulangi sehingga harus dikirim ke universitas lain, antara lain ITB, UNM, dan UGM.
2. Namun demikian, setelah sampel dikirimkan kepada ketiga universitas tersebut, masih harus menunggu antri untuk dikarakterisasi sehingga membutuhkan waktu yang relatif lama.
3. Waktu tunggu jawaban dari editor tentang manuscip jurnal ilmiah internasional dan prosiding internasional yang relatif lama karena hingga sekarang masih belum ada balasannya.

G. RENCANA TAHAPAN SELANJUTNYA: Tuliskan dan uraikan rencana penelitian di tahun berikutnya berdasarkan indikator luaran yang telah dicapai, rencana realisasi luaran wajib yang dijanjikan dan tambahan (jika ada) di tahun berikutnya serta *roadmap* penelitian keseluruhan. Pada bagian ini diperbolehkan untuk melengkapi penjelasan dari setiap tahapan dalam metoda yang akan direncanakan termasuk jadwal berkaitan dengan strategi untuk mencapai luaran seperti yang telah dijanjikan dalam proposal. Jika diperlukan, penjelasan dapat juga dilengkapi dengan gambar, tabel, diagram, serta pustaka yang relevan. Pada bagian ini dapat dituliskan rencana penyelesaian target yang belum tercapai.

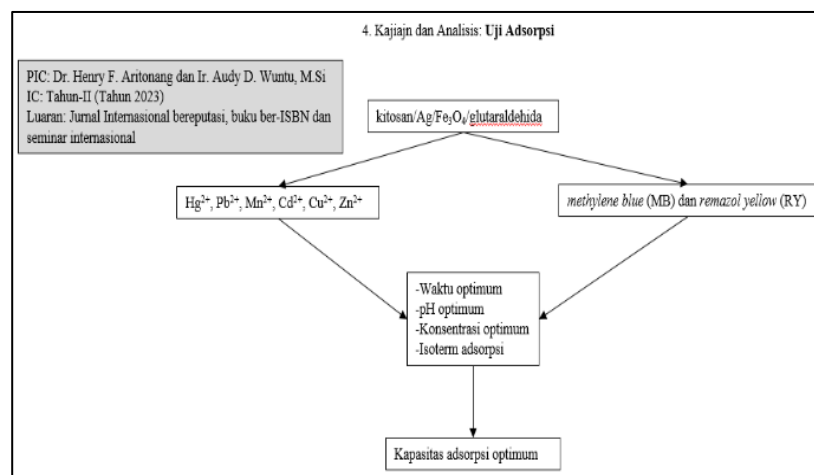
Rencana tahapan selanjutnya, yaitu rencana penelitian di tahun berikutnya (Tahun-II) adalah kajian dan analisis (uji kemampuan) produk hasil sintesis pada Tahun-I sebagai adsorben dalam menjerap ion-ion logam berat dan zat warna sintetik.

Rencana dan target tahap selanjutnya untuk tahun-II (Tahun 2023) adalah sebagai berikut:

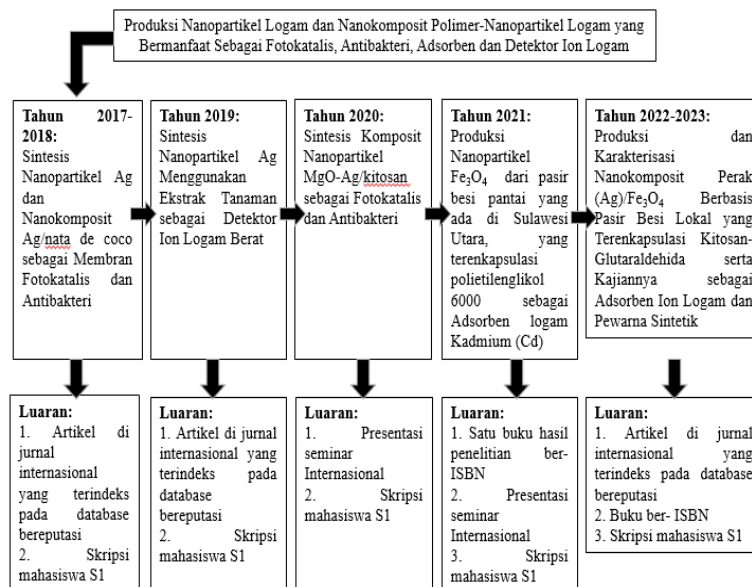
1. Pembahasan hasil karakterisasi produk hasil sintesis yang belum diterima hasilnya dari universitas luar Unsrat (tujuan karakterisasi sampel), yaitu Fe_3O_4 /kitosan/glutaraldehida, Ag /kitosan/glutaraldehida dan $\text{Ag}/\text{Fe}_3\text{O}_4$ /kitosan/glutaraldehida.

2. Kajian dan analisisnya: Uji Adsorpsi produk hasil sintesis

Produk yang diharapkan dalam penelitian ini adalah nanokomposit $\text{Ag}/\text{Fe}_3\text{O}_4$ yang terenkapsulasi kitosan-glutaraldehida (kitosan/ $\text{Ag}/\text{Fe}_3\text{O}_4$ /glutaraldehida). Adapun kajian yang akan dilakukan adalah uji adsorpsi komposit terhadap sampel uji. Sampel yang akan diuji masing-masing adalah ion-ion logam Hg^{2+} , Pb^{2+} , Mn^{2+} , Cd^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} serta zat warna sintetik *methylene blue* (MB) dan *remazol yellow* (RY). Percobaan adsorpsi dilakukan dua kali pengulangan dan akan ditentukan waktu optimum, pH optimum, konsentrasi optimum dan Isoterm Adsorpsi.



2.1. Peta jalan penelitian kimia material khususnya kimia komposit dan nanopartikel logam di Jurusan Kimia Fakultas MIPA Unsrat (2017-2023).



2.2. Luaran dan Target Capaian

| | | | | |
|------|---|------------------------------------|---|-----------------|
| Ke-2 | Publikasi di Jurnal Internasional terindeks | Artikel di jurnal internasional | Jurnal POLYMERS, publisher MDPI | Published |
| | Publikasi di Jurnal Nasional terakreditasi | Artikel di jurnal nasional | Jurnal KIMIA SAINS DAN APLIKASI"-Departemen Kimia UNDIP | Published |
| | Publikasi pada prosiding pertemuan ilmiah internasional terindeks | Artikel di prosiding internasional | Publikasi di AIP Conference Proceeding | Published |
| | Buku | Buku Ajar | "Kimia Polimer (Kitosan)"; CV Penerbit LAKEISHA | Terbit ber ISBN |

H. DAFTAR PUSTAKA: Penyusunan Daftar Pustaka berdasarkan sistem nomor sesuai dengan urutan pengutipan. Hanya pustaka yang disitasi pada laporan akhir yang dicantumkan dalam Daftar Pustaka.

- Gierszewska M, Jakubowska E, Olewnik-Kruszkowska E. Effect of Chemical Crosslinking on Properties of Chitosan-Montmorillonite Composites. Polym Test. 2019; 77. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2019.04.019>.
- Ryan C, Alcock E, Buttimer F, Schmidt M, Clarke D, Pemble M, Bardosova M. Synthesis and Characterisation of Cross-Linked Chitosan Composites Functionalised with Silver and Gold Nanoparticles for Antimicrobial Applications. Sci Technol Adv Mater. 2017; 18(1): 528–54. <https://doi.org/10.1080/14686996.2017.1344929>
- Gounden S, Daniels A, Singh M. Chitosan-Modified Silver Nanoparticles Enhance Cisplatin Activity in Breast Cancer Cells. Biointerface Res Appl Chem. 2021; 11(3): 10572-84. <http://doi.org/10.33263/BRIAC113.1057210584>.
- Freire TM, Fechine LMUD, Queiroz DC, Freire RM, Denardin JC, Ricardo NMPS, et al. Magnetic Porous Controlled Fe₃O₄-Chitosan Nanostructure: An Ecofriendly Adsorbent for Efficient Removal of Azo Dyes. Nanomaterials. 2020; 10(6): 1194. <http://doi.org/10.3390/nano10061194>.
- El-Sakhawy M, Salama A, El-Ziaty AK, Hassan H. Preparation and Adsorption Properties of Chitosan/Silica/Fe₃O₄ Nanocomposite. Cellulose Chem. Technol. 2020; 54(5-6): 601-8. <http://doi.org/10.35812/CelluloseChemTechnol.2020.54.60>.
- Wang J, Chen C. Chitosan-based biosorbents: Modification and Application for Biosorption of Heavy Metals and Radionuclides. Bioresource Technol. 2014; 160:129–141. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2013.12.110>.
- Ren L, Xu J, Zhang Y, Zhou J, Chen D, Chang Z. Preparation and Characterization of Porous Chitosan Microspheres and Adsorption Performance for Hexavalent Chromium. Int J Biol Macromol. 2019; 135: 898–906. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.06.007>.
- Li B, Shan C-L, Zhou Q, Fang Y, Wang Y-L, Xu F, et al. Synthesis, Characterization, and Antibacterial Activity of Cross-Linked Chitosan-Glutaraldehyde. Mar Drugs. 2013; 11(15):1534-52. <https://doi.org/10.3390/md11051534>
- Hussaina A, Negib S, Maitrac J, Khand R, Rani A. Development of Crosslinked Chitosan Membrane Networks for Uptake of Copper and Nickel Metal Ions. Desalin Water Treat. 2019; 146: 257–265. <http://doi.org/10.5004/dwt.2019.23620>.
- Sergey N. Mikhailov, Alexandra N. Zakharova, Mikhail S. Drenichev, Andrey V. Ershov, Mariya A. Kasatkina, Leonid V. Vladimirov, Valentin V. Novikov, and Natalia R. Kildeeva. Crosslinking of Chitosan with Dialdehyde Derivatives of Nucleosides and Nucleotides. Mechanism and Comparison with Glutaraldehyde. Nucleosides Nucleotides Nucleic Acids. 2016; 35(3):114-29. <https://doi.org/10.1080/15257770.2015.1114132>
- Aritonang HF, Kojong T, Koleangan H, Wuntu AD. Green Synthesis of Silver Nanoparticles using *Lantana camara* Fresh Leaf Extract for Qualitative Detection of Hg²⁺, Cu²⁺, Pb²⁺, and Mn²⁺ in Aqueous Solution. Indones J Chem. 2021; 21(4):990 – 1002. <http://doi.org/10.22146/ijc.64902>
- Kumar VV, Anthony SP. Silver Nanoparticles Based Selective Colorimetric Sensor for Cd²⁺, Hg²⁺ And Pb²⁺-Ions: Tuning Sensitivity and Selectivity using Co-Stabilizing Agents. Sens Actuators B. 2014; 191: 31–36. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2013.09.089>
- Rahmi, Fathurrahmi, Lelifajri, Wati FP. Preparation of Magnetic Chitosan using Local Iron Sand for Mercury Removal. Heliyon. 2019; 5(5): e01731. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2019.e01731>.

14. Kalaivani R, Maruthupandy M, Muneeswaran T, Beevi AH, Anand M, Ramakritinan CM, et al. Synthesis of Chitosan Mediated Silver Nanoparticles (Ag Nps) for Potential Antimicrobial Applications. *Frontiers in Laboratory Medicine*. 2018; 2(1):30–35. <https://doi.org/10.1016/j.flm.2018.04.002>