

Bidang Fokus/Unggulan : Manajemen Penanggulangan
Kebencanaan dan Lingkungan
Fakultas : MIPA

LAPORAN AKHIR
RISET TERAPAN UNGGULAN UNSRAT



**PEMISAHAN TiO_2 DARI PASIR BESI KABUPATEN
BOLAANG MONGONDOW DAN UJI AKTIVITASNYA
SEBAGAI ANTIBAKTERI**

TIM PENGUSUL

Dr. HENRY F. ARITONANG, S.Si., M.Si (Ketua)
197112072000031001

Dr. GERALD TAMUNTUAN, M.Si (Anggota)
197105062000031001

Ir. AUDY D. WUNTU, M.Si (Anggota)
196912211994021001

MAHASISWA

Gabriel D. Tatinting (17101101020)

Arwadi Togo (17101101031)

Renaldo R. Kamagi (17101101022)

UNIVERSITAS SAM RATULANGI
NOVEMBER 2021

Dibiayai oleh:

Daftar Isian Pelaksanaan Anggaran (DIPA) Badan Layanan Umum
Nomor: SP DIPA - 023.17.2.677519/2021 tanggal 23 November 2020



KEMENTERIAN PENDIDIKAN, KEBUDAYAAN,
RISET DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS SAM RATULANGI
LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN KEPADA MASYARAKAT
Alamat: Kampus UNSRAT Manado Telp. (0431) 827560, Fax. (0431) 827560
Email: lppm@unsrat.ac.id Laman: <http://lppm.unsrat.ac.id>

**HALAMAN PENGESAHAN
LAPORAN AKHIR
RTUU (RISET TERAPAN UNGGULAN UNSRAT)**

JUDUL KEGIATAN : PEMISAHAN TIO₂ DARI PASIR BESI KABUPATEN BOLAANG MONGONDOW DAN UJI
AKTIVITASNYA SEBAGAI ANTIBAKTERI

Ketua Peneliti
Nama Lengkap : HENRY FONDA ARITONANG
Perguruan Tinggi : Universitas Sam Ratulangi
NIP : 197112072000031001
Jab. Fungsional : Lektor Kepala
Prodi : KIMIA
Fakultas : MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
Nomor HP : 08124450362
Email : henryantonang@unsrat.ac.id
Usulan Biaya : Rp 50.000,000
Biaya Maksimum : Rp 50.000,000
Lama Penelitian : 12 bulan

Anggota Peneliti (1)
Nama Lengkap : GERALD HENDRIK TAMUNTUAN
NIP : 197105062000031001
Perguruan Tinggi : Universitas Sam Ratulangi

Anggota Peneliti (2)
Nama Lengkap : AUDY DENNY WUNTU
NIP : 196912211994021001
Perguruan Tinggi : Universitas Sam Ratulangi

Mahasiswa (1)
Nama Lengkap/NIM : Gabriel D. Tatinong / 17101101020

Mahasiswa (2)
Nama Lengkap/NIM : Arwadi Togo / 17101101031

Mahasiswa (3)
Nama Lengkap/NIM : Renaldo A. Kamagi / 17101101022



Mengetahui
Dekan FMIPA Unsrat
Prof. Dr. Benny Pinontoan, M.Sc.
NIP 196606041995121001

Manado, 04 November 2021
Ketua Peneliti

HENRY FONDA ARITONANG
NIP 197112072000031001



Menyetujui
Ketua LPPM Universitas Sam Ratulangi
Prof. Dr. Ir. Charles Lodewijk Kaunang, MS
NIP 195910181986031002

RINGKASAN

Titanium dioksida (TiO_2) merupakan semikonduktor yang bersifat inert, tidak toksik dan harganya murah, sehingga banyak diaplikasikan dalam kehidupan. Aplikasi TiO_2 yang didasarkan atas konsep transisi elektron dari pita valensi ke pita konduksi, dikembangkan sebagai bahan fotovoltaiik berbasis pewarna, fotokatalis, fotohidrofil, dan sifat anti bakteri sebagai pembersih otomatis permukaan. Konsep reaksi kimia yang terjadi berlangsung pada permukaan, oleh karena itu luas permukaan, ukuran partikel, dan tipe struktur memiliki peran penting pada kinerjanya. Luas permukaan berkaitan dengan ukuran partikel dan morfologi yang berperan penting pada kecepatan reaksi permukaan, sedangkan energi celah pita (E_g) berkaitan dengan ukuran partikel dan tipe struktur. Untuk memperoleh TiO_2 maka dilakukan ekstraksi terhadap pasir besi yang berada di pantai Ompu yang terdapat di Kecamatan Lolak Kabupaten Bolaang Mongondow. TiO_2 yang diperoleh dianalisis kemampuannya sebagai antibakteri.

Penelitian yang telah dilakukan hingga bulan Oktober 2021, yaitu preparasi pasir besi, dekomposisi pasir besi, pelindian dengan H_3PO_4 , dan karakterisasi. Sebelum dilakukan ekstraksi, kandungan titanium dioksida (TiO_2) dari pasir besi ini ditentukan dengan spektrometer *X-Ray Fluorescence* (XRF). Selanjutnya, ekstraksi dilakukan dengan metode dekomposisi menggunakan variasi rasio massa KOH:pasir besi 6:10, 10:10 dan 12:10 (b/b) dan dilanjutkan dengan metode pelindian menggunakan konsentrasi H_3PO_4 1M, 2M dan 3M. Dekomposisi menghasilkan padatan berwarna merah bata dan hijau dengan massa 13,4163 gram, 17,3573 gram dan 18,8818 gram, masing-masing dari perbandingan KOH:pasir besi 6:10, 10:10 dan 12:10 (b/b). TiO_2 selanjutnya diekstrak dari produk dekomposisi ini melalui proses pelindian. Pelindian menghasilkan padatan/residu dan filtrat. Padatan dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffractometry* (XRD) dan filtratnya dengan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry* (ICP-OES). Hasil penelitian menunjukkan bahwa residu mengandung TiO_2 , yang ditandai dengan munculnya puncak-puncak pada daerah 2θ yang sesuai dengan TiO_2 rutil dan anatase. Namun, produk ini merupakan campuran dari senyawa-senyawa lain. Pada filtratnya terdeteksi unsur Ti dengan konsentrasi 0,5 mg/L. Pengujian antibakteri menunjukkan bahwa residu yang diperoleh dari dekomposisi menggunakan KOH:pasir besi 12:10 (m/m) memiliki kemampuan dalam menghambat pertumbuhan bakteri *E.coli* dan *S.aureus* dengan diameter zona hambat masing-masing 9,5 mm dan 8,75 mm.

PRAKATA

Dalam menjalankan tugasnya, Kementerian Riset, Teknologi dan Pendidikan Tinggi (Kemenristekdikti) Republik Indonesia memiliki tugas dan fungsi untuk membina sumber daya manusia Riset Ilmu Pengetahuan dan Teknologi (SDM RIPTEK). Berbagai program penelitian telah dilaksanakan oleh Kemenristekdikti untuk meningkatkan kapasitas SDM RIPTEK, diantaranya adalah Penelitian yang dibiayai oleh Universitas Sam Ratulangi melalui dana DIPA.

Pada tahun 2021 ini, peneliti diberi kesempatan oleh Universitas Sam Ratulangi untuk melakukan Riset Terapan Unggulan Unsrat (RTUU) dengan judul : **Pemisahan TiO₂ Dari Pasir Besi Kabupaten Bolaang Mongondow Dan Uji Aktivitasnya Sebagai Antibakteri.** Penelitian ini dilaksanakan selama satu tahun di Tahun 2021 ini. Hingga bulan Oktober 2021 ini, hasil penelitian telah memperoleh TiO₂ yang masih bercampur dengan material lain, karakterisasinya dengan XRF, XRD, AAS, SEM, dan ICP-OES, dan telah diuji aktivitasnya sebagai antibakteri. Dengan demikian, peneliti berharap semoga penelitian ini bermanfaat, terima kasih.

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN PENGESAHAN	i
RINGKASANA	1
PRAKATA	2
DAFTAR ISI	3
DAFTAR TABEL	5
DAFTAR GAMBAR	6
DAFTAR LAMPIRAN	7
BAB 1. PENDAHULUAN	8
1.1. Latar Belakang.....	8
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	10
2.1. Pasir Besi.....	10
2.2. Titanium Dioksida (TiO ₂).....	10
2.3. Metode Ekstraksi Titanium Dioksida (TiO ₂).....	11
2.4. Nanoteknologi.....	12
2.5. X-Ray Fluorescence (XRF).....	12
2.6. Atomic Absorption Spectroscopy (AAS).....	13
2.7. <i>Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES)</i>	14
2.8. Spektrofotometer UV-Vis.....	15
2.9. <i>X-Ray Diffractometry (XRD)</i>	15
2.10. <i>Scanning Electron Microscope-energy dispersive x-ray (SEM-EDS)</i>	16
BAB 3. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN	18
BAB 4. METODE PENELITIAN	19
4.1. Prosedur Penelitian.....	19
4.1.1. Preparasi Pasir Besi.....	19
4.1.2. Dekomposisi Pasir Besi.....	19
4.1.3. Pelindian dengan H ₃ PO ₄	19
4.1.4. Uji Aktivitas Antibakteri.....	19
4.2. Karakterisasi.....	19
4.3. Bagan Penelitian.....	20
BAB 5. HASIL DAN LUARAN YANG DICAPAI	21
5.1. Preparasi Awal Pasir Besi.....	21

5.2. Dekomposisi Pasir Besi.....	23
5.3. Pelindian Degan H_3PO_4	25
5.4. Analisis dan Karakterisasi.....	28
BAB 6. RENCANA TAHAPAN BERIKUTNYA.....	36
DAFTAR PUSTAKA.....	37
LAMPIRAN.....	40

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1 Kandungan unsur dan senyawa yang terdapat pada pasir besi Pantai Ompu, Kecamatan Lolak Kabupaten Bolaang Mongondow Sulawesi Utara.....	22
Tabel 2 Produk hasil pelindian dengan H_3PO_4	28
Tabel 3 Hasil serapan Fe pada AAS untuk kalibrasi standar.....	29
Tabel 4 Konsentrasi logam Fe pada filtrat dekomposisi.....	30
Tabel 5 Konsentrasi logam Fe pada filtrat pelindian.....	30
Tabel 6 Konsentrasi Ti pada filtrat pelindian dari perbandingan KOH:pasir besi 12:10 pada konsentrasi H_3PO_4 3M.....	31
Tabel 7 Perbandingan daerah $2\theta(^{\circ})$	33
Tabel 8 Ukuran kristal nanopartikel TiO_2	33
Tabel 9 Hasil data daya hambat terhadap bakteri <i>E.coli</i> dan <i>S.aureus</i>	35

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1	Skema alat ICP-OES..... 14
Gambar 2	Difraksi sinar-x pada bidang atom..... 16
Gambar 3	Kondisi fisik pasir besi pantai Hais..... 21
Gambar 4	(a) Proses penggerusan, (b) proses pengayakan, (c) proses penarikan dengan magnet, (d) pasir besi yang ditarik magnet, dan (e) pasir besi yang tidak ditarik magnet..... 22
Gambar 5	Produk hasil dekomposisi KOH:pasir besi..... 24
Gambar 6	Warna merah bata kehijauan, (b). Warna kuning kemerahan dari hasil pencucian dengan aquades..... 25
Gambar 7	(a). Residu hasil pencucian, (b) Filtrat..... 25
Gambar 8	Hasil pelindian dengan H ₃ PO ₄ 26
Gambar 9	Padatan hasil pelindian..... 27
Gambar 10	Kurva Kalibrasi Standar Fe..... 29
Gambar 11	Difraktogram Nanopartikel TiO ₂ 32
Gambar 12	Citra SEM dari sampel pasir besi yang telah ditarik oleh magnet..... 34

DAFTAR LAMPIRAN

		Halaman
Lampiran 1	Surat Tugas Penelitian.....	40
Lampiran 2	Foto-Foto Kegiatan Penelitian dan Produk penelitian.....	43
Lampiran 3	Bukti Fisik Luaran Penelitian (Paten sederhana terdaftar).....	45
Lampiran 4	Bukti Fisik Luaran Penelitian (Draft Paper).....	47

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang Masalah

Pasir besi merupakan salah satu jenis bahan tambang yang mengandung mineral utama, seperti *hematite* (Fe_2O_3), *magnetite* (Fe_3O_4), *ilmenite* (FeTiO_3) (Nugraha *et al.*, 2016). Pasir besi sendiri memiliki keunggulan lebih dibandingkan dengan bijih besi dalam bentuk batuan (*ores*) karena terdapatnya unsur pengotor berupa titanium (Ti), meskipun dalam jumlah yang kecil. Harga dari titanium sendiri sangatlah mahal, mengingat potensinya sebagai *high technology application*. Pemanfaatan titanium sendiri dapat berupa logam titanium dan bentuk TiO_2 *rutile* sebagai pigmen putih dalam industri cat, kosmetik, dan lain-lain (Wang *et al.*, 2008; Firdiyono *et al.*, 2010).

Pasir besi merupakan sumber daya mineral yang dapat ditemukan di delapan kabupaten di Provinsi Sulawesi Utara dan menyimpan ratusan juta ton pasir besi yang belum dikelola dan dieksplorasi. Adapun delapan kabupaten tersebut yaitu Minahasa Selatan (Minsel), Bolaang Mongondouw Utara (Bolmut), Kepulauan Talaud, Sangihe, Minahasa, Minahasa Tenggara (Mitra), Bolaang Mongondouw (Bolmong), dan Bolaang Mongondouw Timur (Boltim). Diantara kedelapan kabupaten tersebut, Kabupaten Bolmong yang memiliki kandungan pasir besi yang terbesar hingga mencapai 31,4 juta ton (dengan kandungan TiO_2 sebesar 9,85%) (Rochani *et al.*, 2008). Hingga kini TiO_2 dan logam Ti belum diproduksi di dalam negeri secara massal sehingga mengakibatkan Indonesia masih bergantung pada impor dari berbagai negara untuk memenuhi kebutuhan industri. Fakta menunjukkan bahwa hingga kini kebutuhan TiO_2 terus meningkat untuk memenuhi kebutuhan di Indonesia akibat manfaat TiO tersebut yang begitu besar (Subagja *et al.*, 2014).

TiO_2 digunakan sebagai material penting dalam pembuatan cat, pernis, kertas, tinta, penutup lantai, keramik, makanan, farmasi, dan bidang industri kimia lainnya (Diebold, 2003; El-Hazek *et al.*, 2007). Untuk mendapatkan TiO_2 dari pasir besi maka dilakukan proses pemurnian dengan cara pencucian atau biasa disebut dengan pelindian (*leaching*) (Wahyuningsih *et al.*, 2014; Das *et al.*, 2013). Pelindian adalah proses pemekatan kimiawi untuk melepaskan pengotor bijih dari suatu mineral dengan cara pelarutan dengan reagen tertentu.

Nayl dan Aly (2009) telah melakukan penelitian untuk memperoleh TiO_2 menggunakan agen dekomposisi KOH. Metode ini dapat memisahkan titanium dari terak titanium sebesar 89%. Lasheen *et al.*, (2008) juga melakukan penelitian serupa dengan metode menggunakan larutan NaOH panas ($60\text{-}70^\circ\text{C}$). Dari metode tersebut diperoleh rutil sintesis dengan kemurnian sebesar 97%. Selain pelindian alkali, pelindian sulfat (H_2SO_4) dan pelindian klorida (HCl) juga telah

diteliti. Abdelfattah (2014) menggunakan agen pelindi H_2SO_4 dan proses ini mampu menghasilkan TiO_2 dengan kemurnian lebih dari 98%. Wu *et al.*, (2013) menggunakan agen pelindi HCl dan menghasilkan TiO_2 dengan kemurnian sekitar 99%. Namun demikian, kedua asam kuat tersebut menimbulkan masalah lingkungan akibat penggunaan asam kuat yang tinggi. Selain itu, asam fosfat (H_3PO_4) juga telah digunakan sebagai agen pelindi untuk menghilangkan kandungan besi dari pasir besi dan meningkatkan kemurnian TiO_2 . Penelitian ini menunjukkan bahwa proses pelindian dengan H_3PO_4 lebih efisien dibandingkan menggunakan asam kuat seperti HCl , H_2SO_4 , dan HF . Prosentase efisiensi pelindian fosfat ini sekitar 30-40% lebih besar dibandingkan metode pelindian yang lainnya (Zhang *et al.*, 2012). Untuk meningkatkan efisiensi pelindian dan meningkatkan kemurnian TiO_2 , Rajakaruna *et al.* (2020) telah menggunakan surfaktan hexadecyltrimethylammonium bromide (HDTMA) setelah proses pelindian yang berfungsi sebagai matriks atau *template* agar pembentukan TiO_2 menjadi lebih murni dan terpisah dari mineral lain. Namun penelitian tersebut menggunakan *autoclave* sehingga membutuhkan energi yang relatif lebih besar dalam menghasilkan TiO_2 .

Penelitian ini mengusulkan untuk memisahkan TiO_2 dari pasir besi yang berasal dari Sulawesi Utara khususnya yang bersumber dari Kabupaten Bolaang Mongondow, menggunakan metode NaOH dan dikombinasikan dengan H_3PO_4 serta menggunakan surfaktan CTAB sebagai matriks dalam pembentukan TiO_2 . Proses pemisahan dilakukan dengan cara yang lebih sederhana, ekonomis dan umum dilakukan yaitu dengan cara refluks. Selanjutnya, untuk mengetahui kemurnian TiO_2 yang diperoleh maka dilakukan karakterisasi menggunakan XRF, AAS, ICP-MS, XRD, SEM-EDS dan CTAB. Selain itu, akan diuji aktivitasnya sebagai antibakteri karena TiO_2 telah menunjukkan kemampuannya pada kedua aktivitas tersebut seperti yang telah banyak dilaporkan peneliti-peneliti sebelumnya.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pasir Besi

Besi merupakan unsur penyusun kerak bumi yang jumlahnya menempati urutan keempat, sekitar 50.000 ppm, sedangkan titanium (Ti) menempati urutan ke sembilan sekitar 4400 ppm. Hampir semua bebatuan mengandung bijih besi dalam bentuk mineral. Ketersediaan titanium di Indonesia sangat melimpah dan kandungan TiO_2 di Pulau Sulawesi mencapai 10 % dari 70 juta ton pasir besi (Tampubolon 2013). Pada umumnya, bijih besi ditemukan dalam bentuk *magnetite* (Fe_3O_4), *hematite* (Fe_2O_3), *geotithe* ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$), *limonite* ($2\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), *siderite* (FeCO), bahkan *ilmenite* (FeTiO_3) dimana masing - masing jenis ini memiliki karakteristik yang berbeda-beda (Begum *et al.*, 2012; Nguyen and Lee, 2018; Haverkamp *et al.*, 2016).

Berdasarkan sifat magnetiknya, mineral dalam pasir besi dikelompokkan menjadi dua komponen yaitu mineral magnetik dan mineral non magnetik. Mineral magnetik ini jumlahnya sangat melimpah dan sering dimanfaatkan karena bernilai ekonomi tinggi (Togibasa *et al.*, 2018). Selain besi oksida, senyawa magnetik lainnya yang cukup dominan dalam pasir besi adalah oksida besi - titanium ($\text{Fe}_x\text{Ti}_y\text{O}_z$) (Arao *et al.*, 2011).

Kumpulan senyawa oksida besi - titanium ini terdiri dari mineral-mineral yang terdiri dari TiO_2 , FeO , dan Fe_2O_3 . Komposisi kimia dari mineral oksida antara lain FeO (*wustite*), Fe_3O_4 (*magnetite*), $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (*maghemite*), $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (*hematite*), FeTiO_3 (*ilmenite*), Fe_2TiO_4 (ulvospinel), Fe_2TiO_5 (*pseudobrookite*), dan FeTi_2O_5 (*ilmeno - rutile* atau *ferropseudobrookite*) (Yulianto, 2003).

2.2 Titanium Dioksida (TiO_2)

Titanium dioksida (TiO_2) merupakan serbuk berwarna putih dengan sifat tidak tembus cahaya (material transparant) sehingga diaplikasikan sebagai bahan baku cat, industri kertas, plastik, dan sensor gas (Zhang *et al.* 2001). TiO_2 termasuk dalam senyawa polimorfi dengan tiga struktur kristal yaitu *rutile* (fase yang stabil pada temperatur tinggi secara termodinamik), *anatase* (fase yang stabil pada temperatur rendah dan metastabil secara termodinamika), dan *brookite*. *Rutile* merupakan jenis yang paling umum digunakan dalam industri pigment. *Brookite* mempunyai struktur orthorhombik dan mengalami perubahan sistem kristal menjadi *rutile* pada temperatur 750°C , sedangkan *anatase* memiliki struktur tetragonal dan mengalami perubahan bentuk menjadi *rutile* pada temperatur 915°C (Farrell, 2001).

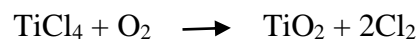
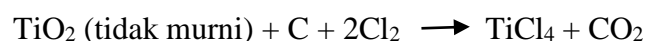
Titanium banyak ditemukan di alam dalam bentuk mineral ilmenite ($\text{FeO}\cdot\text{TiO}_2$) yang mengandung sekitar 40 hingga 80% TiO_2 . Endapan mineral pasir lainnya termasuk rutil ($\sim 95\%$ TiO_2), anatase ($>95\%$ TiO_2) dan leucoxene yang mewakili bentuk ilmenit dan mengandung hingga 85% TiO_2 . Namun, endapan rutil jauh lebih langka daripada ilmenite sedangkan yang dari anatase belum dieksploitasi secara komersial dan leucoxene hanya dieksploitasi dalam skala terbatas (Van Dyk *et al.*, 2004). Mineral titanium lainnya termasuk brookite (rhombic TiO_2), perovskite (CaTiO_2), sphene (CaTiSiO_5) dan geikielite (MgTiO_3).

Titanium terutama digunakan dalam bentuk TiO_2 sebagai pigmen putih pada cat, plastik, dan kertas. Produksi komersial pigmen TiO_2 menggunakan proses sulfat atau proses klorida. Dalam proses sebelumnya, bahan baku dengan kualitas yang relatif rendah dapat digunakan, tetapi memberikan volume produk limbah yang lebih tinggi sehingga membutuhkan pengolahan dan pembuangan yang tepat. Lebih disukai menggunakan proses klorida yang memerlukan peningkatan yang hati-hati dari endapan ilmenit berkadar rendah untuk meningkatkan kandungan TiO_2 -nya (Nguyen and Lee, 2018; Gázquez *et al.*, 2014).

2.3 Metode Ekstraksi Titanium Dioksida (TiO_2)

Sebagian besar produksi titanium dunia (95%) digunakan untuk memperoleh TiO_2 putih sebagai pigmen untuk menyebarkan cahaya (Nguyen and Lee, 2018). Pigmen ini dihasilkan oleh dua proses tradisional: proses sulfat (40% dari total produksi TiO_2) dan proses klorida (60% dari total produksi TiO_2) (Nguyen and Lee, 2018; Gázquez *et al.*, 2014).

Umumnya proses pemurnian TiO_2 dengan proses sulfat (Agatzini-Leonardou *et al.*, 2008; Mackey 1994) dan klorida (Das *et al.*, 2013; Mackey 1994) dengan reaksi berikut ini:



Keuntungan dari proses sulfat adalah biaya yang rendah dan konsumsi energi yang rendah. Kerugiannya adalah pembentukan sejumlah besar produk sampingan. Meskipun biaya proses klorida adalah sekitar 1,7 kali lebih banyak daripada proses sulfat, keuntungan proses klorida adalah produk berkualitas tinggi, proses yang lebih ramah lingkungan dan menghasilkan jumlah produk limbah yang lebih kecil.

Proses lain yang telah dilaporkan, seperti yang dilakukan oleh Perez and Sharadqah (2017) menggunakan resin penukar ion Amberlite IRA 400 yang dikombinasikan dengan metode konsentrasi magnet, perlakuan termal dan perlakuan kimia. Hasil penelitian memperoleh TiO_2

dengan kemurnian 97% dan pemulihan 19% tanpa adanya besi logam, dan kemurnian 90% dengan pemulihan 40% dengan keberadaan besi logam.

Selain itu, Zhang *et al.*, (2012) menggunakan asam fosfat (H_3PO_4) sebagai agen pelindi untuk menghilangkan kandungan besi dari pasir kuarsa. Penelitian ini menunjukkan lebih efisien dibandingkan menggunakan asam kuat seperti HCl, H_2SO_4 , dan HF dengan prosentase efisiensi pelindian fosfat ini sekitar 30-40% lebih besar dibandingkan metode pelindian yang lainnya.

2.4 Nanotnologi

Nanoteknologi adalah bidang ilmu pengetahuan yang sedang berkembang dan termasuk didalamnya adalah pembahasan bagaimana proses sintesis serta pengembangan dari berbagai material berukuran nano. Nanoteknologi didefinisikan sebagai desain, karakterisasi, produksi dan penerapan struktur, perangkat dan sistem dengan mengontrol bentuk dan ukuran pada skala nanometer (Apriandanu *et al.*, 2013). Nanoteknologi merupakan pengetahuan dan kontrol material pada skala nano dalam dimensi antara 1-100 nanometer. Ukuran partikel yang sangat kecil tersebut dimanfaatkan untuk mendesain dan menyusun atau memanipulasi material sehingga dihasilkan material dengan sifat dan fungsi baru. Nanosains adalah ilmu dan rekayasa dalam penciptaan material, struktur fungsional, maupun piranti dalam skala nanometer. Dalam terminologi ilmiah, nano berarti satu per satu milyar (0,000000001). Satu nanometer adalah seper seribu mikrometer, atau seper satu juta milimeter, atau seper satu milyar meter. Jika panjang pulau jawa dianggap satu meter, maka diameter sebuah kelereng kira-kira sama dengan 10 nanometer (Apriandanu *et al.*, 2013).

Nanopartikel dapat didefinisikan sebagai benda yang berukuran mulai dari 1-100 nm dan ukurannya berbeda dari bahan awalnya (material dasar). Saat ini, nanomaterial logam yang sering diproduksi adalah dengan menggunakan logam tembaga (Cu), seng (Zn), titanium (Ti), magnesium (Mg), emas (Au), alginat dan perak (Ag). Nanopartikel dapat digunakan untuk berbagai tujuan antara lain dalam bidang perawatan medis, penggunaan di berbagai cabang industri produksi seperti solar dan oksida bahan bakar baterai untuk penyimpan energy, bahkan untuk proses pengolahan yang lebih luas, seperti kosmetik dan pakaian (Dubchak *et al.*, 2010).

2.5 X-Ray Fluorescence (XRF)

X-Ray fluorescence (XRF) merupakan salah satu metode analisis non-destruktif yang digunakan untuk analisis unsur dalam suatu bahan secara kualitatif dan kuantitatif. Detektor mengukur energi dan intensitas dari emisi sinar-X, dari pengukuran ini dapat ditarik kesimpulan unsur apa yang ada dan berapa konsentrasinya. Prinsip kerja XRF didasarkan pada terjadinya

tumbukan atom-atom pada permukaan sampel atau bahan oleh sinar-X dari sumber sinar. Hasil analisis kualitatif ditunjukkan dengan adanya puncak spektrum yang mewakili salah satu jenis unsur sesuai dengan karakteristik sinar-X sedangkan untuk analisis kuantitatif diperoleh dengan cara membandingkan intensitas sampel dengan standar (Kriswarini *et al.*, 2010).

Dalam analisis kuantitatif, faktor-faktor yang berpengaruh dalam analisis antara lain matriks dari sampel (bahan), kondisi kevakuman, dan konsentrasi unsur dalam bahan serta pengaruh unsur yang mempunyai energi karakteristik berdekatan dengan energi karakteristik unsur yang akan dianalisis. Syarat sampel yang dapat dianalisis dengan XRF yaitu apabila sampel berbentuk serbuk, ukuran serbuk tidak boleh melebihi 400 mesh, untuk serbuk padatan, permukaannya yang dilapisi akan meminimalisir efek penghamburan dan sampel harus datar untuk menghasilkan analisis kuantitatif yang optimal. Untuk cairan, sampel harus segar ketika dianalisis dan analisis dilakukan secara cepat jika sampel mudah menguap, selain itu sampel juga tidak boleh mengandung endapan (Kriswarini *et al.*, 2010).

2.6 Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

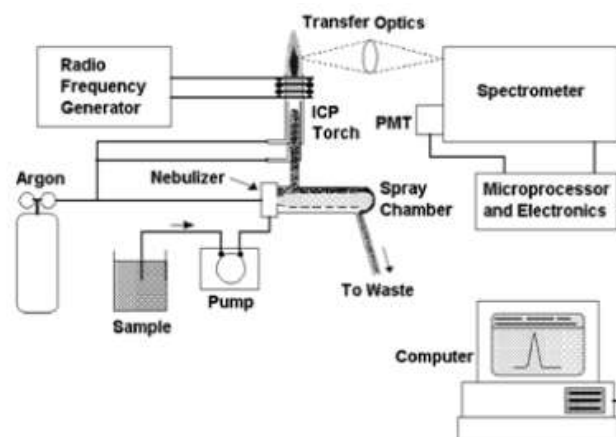
Teknik analisis yang dapat dilakukan untuk mengetahui kadar logam dalam sampel cair yang dihasilkan dalam penelitian ini salah satunya menggunakan spektroskopi serapan atom (AAS). Spektrometri merupakan suatu metode analisis kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan banyaknya radiasi yang dihasilkan atau yang diserap oleh spesi atom atau molekul analit. Spektrometri serapan atom merupakan metode analisis unsur secara kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas. Metode ini sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah karena metode serapan sangatlah spesifik. Logam-logam yang membentuk campuran kompleks dapat pula dianalisis dan selain itu tidak selalu diperlukan sumber energi yang besar (Skoog *et al.*, 2010).

Secara praktek, larutan cuplikan dialirkan ke dalam nyala, kemudian di dalam nyala akan terurai menjadi atom-atom bebas dari unsur yang dianalisis. Dengan adanya sinar dari lampu katoda cekung yang mempunyai panjang gelombang yang sama dengan unsur yang dianalisis, maka akan terjadi penyerapan sinar oleh atom-atom unsur tersebut yang mengakibatkan atom-atom tersebut tereksitasi. Banyaknya intensitas radiasi yang diserap sebanding dengan jumlah atom yang berada pada tingkat energi dasar yang menyerap energi radiasi tersebut, dengan mengukur tingkat penyerapan radiasi (absorbansi) atau mengukur radiasi yang diteruskan (transmitansi), maka konsentrasi unsur di dalam cuplikan dapat ditentukan (Boybul, 2009).

2.7 Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES)

ICP-OES merupakan salah satu instrumen spektroskopi dalam bidang analisa kimia untuk menganalisis dan mendeteksi *trace metals* (logam) dari suatu sampel dengan menggunakan metode spektrofotometer emisi. Spektrofotometer emisi adalah metode analisis yang didasarkan pada pengukuran intensitas emisi pada panjang gelombang yang khas untuk setiap unsur. ICP dapat menganalisa 80 unsur sekaligus dengan konsentrasi di bawah 1 mg/L, dan alat ini dapat menganalisa secara kualitatif dan kuantitatif. Sampel yang dapat dianalisis menggunakan ICP adalah bahan-bahan alam seperti batu, mineral, tanah, sedimen, air, dan jaringan tanaman dan hewan. Bahan yang akan dianalisis untuk alat ini harus berwujud larutan yang homogen. Apabila sampel yang akan dianalisa berbentuk padatan, maka sampel harus dipreparasi dahulu melalui proses *digestion* dengan *acid digestion*. ICP-OES merupakan salah satu alat yang digunakan untuk menganalisis logam dengan terbentuknya plasma pada tingkat kekhususan dan sensitifitas yang tinggi, serta limit deteksi yang baik untuk segala aplikasi. Analisis logam menggunakan ICP-OES dapat dilakukan dengan cepat karena ICP-OES dapat mengukur semua logam secara langsung dan berkesinambungan (Yodha and Masriyanti, 2011).

ICP-OES modern dirancang dengan prinsip dasar metoda analisis yang menggunakan sepaang induksi, yaitu induksi medan magnet dan induksi medan listrik sebagai sumber energi untuk mengeksitasi elektron-elektron dari atom-atom yang ada dalam contoh. Elektron-elektron yang sudah tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi, akan kembali ke keadaan dasar sambil melepaskan energi yang berupa sinar. Sinar yang dilepaskan masuk ke spektrometer dan oleh grating sinar ini didispersikan menjadi spetrum garis yang spesifik untuk masing – masing atom atau ion yang berada dalam contoh tersebut (Taufiq *et al.*, 2011).



Gambar 1. Skema alat ICP-OES (Ghosh *et al.*, 2013).

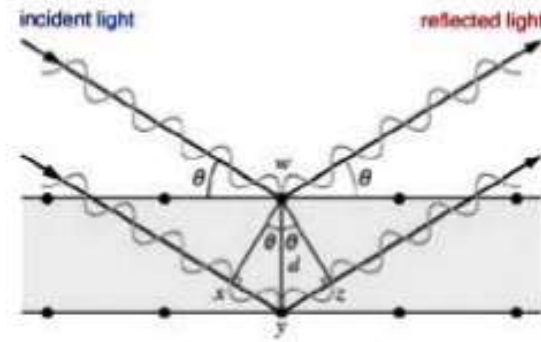
2.8 Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-vis adalah alat yang digunakan untuk mengukur transmitansi, reflektansi dan absorpsi dari cuplikan sebagai fungsi dari panjang gelombang. Spektrofotometer sesuai dengan namanya merupakan alat yang terdiri dari spektrometer dan fotometer. Spektrometer menghasilkan sinar dari spectrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diabsorpsi. Jadi spektrofotometer digunakan untuk mengukur energi cahaya secara relatif jika energi tersebut ditransmisikan, direfleksikan atau diemisikan sebagai fungsi dari panjang gelombang. Suatu spektrofotometer tersusun dari sumber spektrum sinar tampak yang sinambung dan monokromatis. Sel pengabsorpsi untuk mengukur perbedaan absorpsi antara cuplikan dengan blanko ataupun pembanding. Panjang gelombang (λ) adalah jarak antara satu lembah dan satu puncak, sedangkan frekuensi adalah kecepatan cahaya dibagi dengan panjang gelombang (λ). Bilangan gelombang adalah (ν) adalah satu satuan per panjang gelombang (Fiorentino and Salgado, 2012).

Spektrofotometer UV-vis merupakan spektrofotometer yang digunakan untuk pengukuran di daerah Ultraviolet dan didaerah tampak. Semua metode spektrofotometri berdasarkan pada serapan sinar oleh senyawa yang ditentukan, sinar yang digunakan adalah sinar yang semonokromatis mungkin (Fiorentino and Salgado, 2012).

2.9 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan salah satu metode karakterisasi material yang sering digunakan hingga sekarang. Untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material teknik ini digunakan untuk menentukan parameter struktur kisi dan mendapatkan ukuran partikel. XRD secara umum memiliki prinsip kerja terdiri dari tiga bagian utama, yaitu tabung sinar-X, tempat objek sampel dan detektor sinar-X yang berisi katoda yang memanaskan filamen, sehingga menghasilkan elektron. Perbedaan tegangan menyebabkan percepatan elektron akan menembaki obyek. Ketika elektron mempunyai tingkat energi yang tinggi dan menabrak elektron dalam objek sehingga dihasilkan pancaran sinar-X. Objek dan detektor berputar untuk menangkap dan merekam intensitas refleksi sinar-X. Detektor merekam dan memproses sinyal sinar-X dan mengolahnya dalam bentuk grafik (Ratnasari, 2009).



Gambar 2. Difraksi sinar-x pada bidang atom (Munasir *et al.*, 2005).

Perumusan secara matematik dapat dikemukakan dengan menghubungkan panjang gelombang sinar-X, jarak antar bidang dalam kristal dan sudut difraksi, yang dikenal dengan Hukum Bragg, seperti tersaji pada Persamaan (1):

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (1)$$

di mana λ adalah panjang gelombang sinar-X, d adalah jarak antar kisi kristal, θ adalah sudut datang sinar dan $n = 1, 2, 3$ dan seterusnya adalah orde difraksi. Persamaan Bragg tersebut dapat digunakan untuk mengetahui parameter sel Kristal (Monshi *et al.*, 2012). Sementara itu, ukuran kristal dihitung dengan menggunakan Persamaan Scherrer (2) sebagai berikut:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2)$$

Dimana β merupakan FWHM (*Full Width at Half Maximum*) dari garis difraksi skala 2θ , λ merupakan panjang gelombang yang digunakan pada alat XRD yaitu 0,15406 nm dan k merupakan konstanta Scherrer yang nilainya 0,94 (Monshi *et al.*, 2012).

2.10 Scanning Electron Microscope-energy dispersive x-ray (SEM-EDS)

Struktur mikro bahan diketahui dengan menggunakan peralatan SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Teknik SEM pada hakekatnya merupakan pemeriksaan dan analisis permukaan. Data tampilan yang diperoleh adalah data permukaan atau lapisan dengan ketebalan sekitar 20×10^{-6} m dari permukaan. Gambar permukaan yang diperoleh adalah gambar topografi permukaan dengan segala tonjolan dan lekukan permukaan (Utomo *et al.*, 2014).

Prinsip kerja SEM mirip dengan mikroskop optik, hanya saja berbeda dalam perangkatnya. Pertama, berkas elektron disejajarkan dan difokuskan oleh magnet yang didesain khusus berfungsi sebagai lensa. Energi elektron biasanya 100 kV, yang menghasilkan panjang gelombang kira-kira 0,04 nm. Spesimen sasaran sangat tipis agar berkas yang dihantarkan tidak

diperlambat atau dihamburkan terlalu banyak. Bayangan akhir diproyeksikan ke dalam layar pendar atau film (Utomo *et al.*, 2014).

Untuk mengetahui komposisi kimia pada permukaan sampel, sebagian besar alat SEM dilengkapi dengan kemampuan energy dispersive x-ray (EDX). EDX dihasilkan dari sinar-X, yaitu dengan menembakkan sinar-X pada posisi yang ingin diketahui komposisinya. Setelah ditembakkan pada posisi yang diinginkan maka akan muncul puncak – puncak tertentu yang mewakili suatu unsur yang terkandung. Dengan EDX juga bisa membuat elemental mapping (pemetaan elemen) dengan memberikan warna berbeda – beda dari masing – masing elemen di permukaan sampel. EDX bisa digunakan untuk menganalisa secara kuantitatif dari persentase masing – masing elemen. SEM-EDX dapat memberikan informasi tentang topografi, morfologi, komposisi dari sampel yang dianalisis. Topografi adalah kemampuan untuk menganalisa permukaan dan teksture. Morfologi adalah kemampuan untuk menganalisa bentuk dan ukuran dari benda sampel. Komposisi adalah kemampuan menganalisa komposisi dari permukaan benda secara kuantitatif dan kualitatif (Girao, 2017).

BAB 3. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN

3.1. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah memisahkan mineral TiO_2 dari pasir besi yang berasal dari Kabupaten Bolaang Mongondow, Provinsi Sulawesi Utara dengan metode paduan H_3PO_4 dan NaOH serta menggunakan surfaktan CTAB. TiO_2 yang diperoleh akan dikarakterisasi dan diuji aktivitasnya sebagai antibakteri untuk *Staphylococcus aureus* (gram positif) dan *Escherichia coli* (gram negatif).

3.2. Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini adalah memanfaatkan sumber TiO_2 yang terkandung dalam pasir besi yang berasal dari Kabupaten Bolaang Mongondow, Provinsi Sulawesi Utara yang selama ini belum ada dilaporkan. Data menunjukkan bahwa kebutuhan TiO_2 di Indonesia terus meningkat sejalan dengan perkembangan perindustrian Indonesia karena pemanfaatan dan aplikasinya yang begitu banyak dalam industri. Selanjutnya, TiO_2 yang diperoleh dapat dimanfaatkan dalam mereduksi limbah zat warna sintetik, farmasi, cat dan bidang-bidang lain. Melihat ketersediaan pasir besi yang melimpah di Provinsi Sulawesi Utara khususnya Kabupaten Bolaang Mongondow dan kebutuhan TiO_2 di Indonesia maka penelitian ini perlu dilakukan sehingga sangat mendukung Rencana Strategis Penelitian Unsrat karena masuk ke dalam **Bidang Unggulan Kemaritiman** dengan peta jalan **Perlindungan dan pemanfaatan sumberdaya maritim**. Disamping itu, penelitian ini memberikan sumbangan dalam pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi serta dapat meningkatkan budaya meneliti di lingkungan perguruan tinggi (IPTEKS-SOSBUD). Keluaran riset ini akan di daftarkan di HAKI, khususnya Paten Sederhana, disampaikan pada seminar Nasional, Internasional dan akan dipublikasi ke dalam jurnal Internasional.

BAB 4. METODE PENELITIAN

4.1. Prosedur Penelitian

4.1.1. Preparasi Pasir Besi

Preparasi pasir besi dilakukan dengan cara separasi magnetik menggunakan magnet batang. Pasir besi yang menempel pada magnet akan digunakan untuk penelitian ini.

4.1.2. Dekomposisi Pasir Besi

Dekomposisi pasir besi dilakukan dengan modifikasi metode Dong *et al.*, (2012). Pasir besi yang telah dipreparasi ditambah NaOH padat dengan rasio massa NaOH/pasir besi sebesar 6/5 (b/b). Campuran pasir besi dan NaOH dihomogenisasi dan dipanaskan selama 2 jam pada suhu 550°C. Padatan yang terbentuk dicuci dengan akuades dan filtrat hasil pencucian disimpan dalam botol penyimpanan sedangkan residu dikeringkan dengan oven pada suhu 110°C selama 3 jam. Metode ini diulangi dengan variasi rasio massa NaOH/pasir besi sebesar 3/5, 5/5 dan 7,5/5 (b/b).

4.1.3. Pelindian dengan H₃PO₄

Proses pelindian dilakukan dengan modifikasi metode Zang *et al.*, (2012) dan Rajakaruna *et al.*, (2020). Residu yang diperoleh dari tahap dekomposisi dicampur dengan H₃PO₄ 3M dengan rasio massa residu/volume sebesar 1/10 (b/v). Pelindian dilakukan selama 2 jam pada suhu 80°C. Hasil pelindian disaring dan ditambahkan 250 mL NaOH 0,5 M, 2 mL 30% H₂O₂ dan dibiarkan mengembun pada 40 °C selama 1 jam di bawah refluks. Campuran yang dihasilkan ditambahkan campuran CTAB (5 g) –akuades (150 mL) –etanol (25 mL) ditambahkan ke supernatan dan dipanaskan pada 150 °C selama 2 jam dalam sistem refluks. Metode ini diulangi dengan variasi konsentrasi H₃PO₄ 2M, 5M dan 7M.

4.1.4. Uji Aktivitas Antibakteri

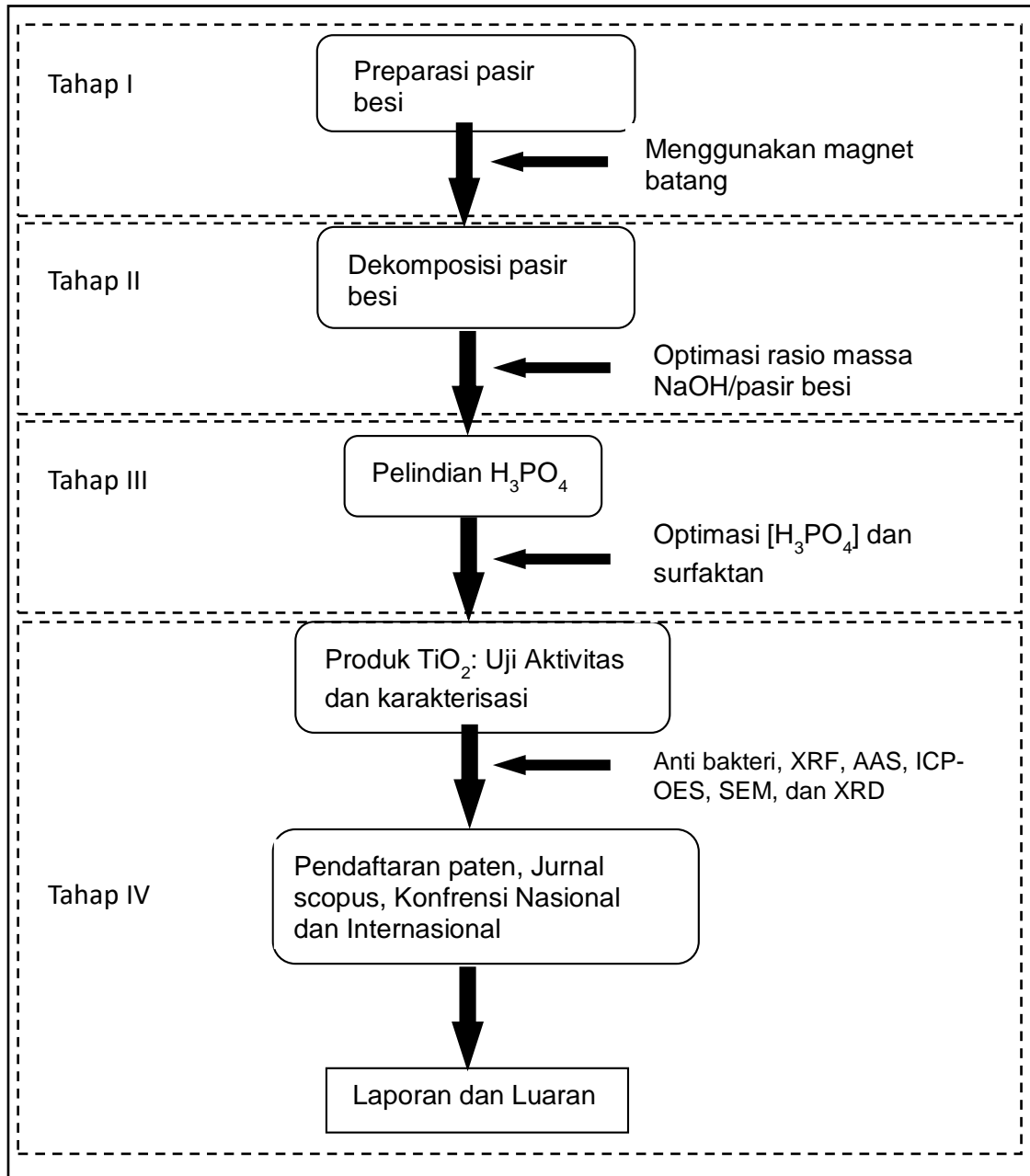
Uji aktivitas antibakteri untuk mengetahui kemampuan produk TiO₂ dalam menghambat pertumbuhan bakteri *Staphylococcus aureus* (gram positif) dan *Escherichia coli* (gram negatif).

4.2. Karakterisasi

Karakterisasi yang akan dilakukan terhadap sampel adalah menggunakan XRF, AAS, ICP-OES, dan XRD.

4.3. Bagan Penelitian

Secara garis besar, lingkup dan tahapan kegiatan penelitian seperti tergambar dalam diagram alir berikut ini.

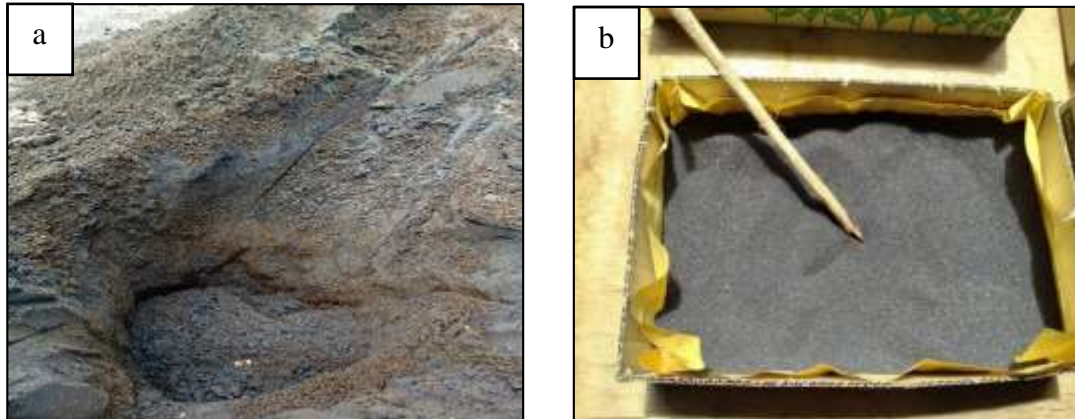


Skema 1. Bagan Alur Tahapan Penelitian

BAB 5. HASIL DAN LUARAN YANG DICAPAI

5.1 Preparasi Awal Pasir Besi

Pasir besi yang digunakan pada penelitian ini diambil dari Pantai Ompu, Kecamatan Lolak Kabupaten Bolaang Mongondow, Sulawesi Utara. Kondisi fisik dari pasir besi Pantai Hais dapat dilihat pada Gambar 3.

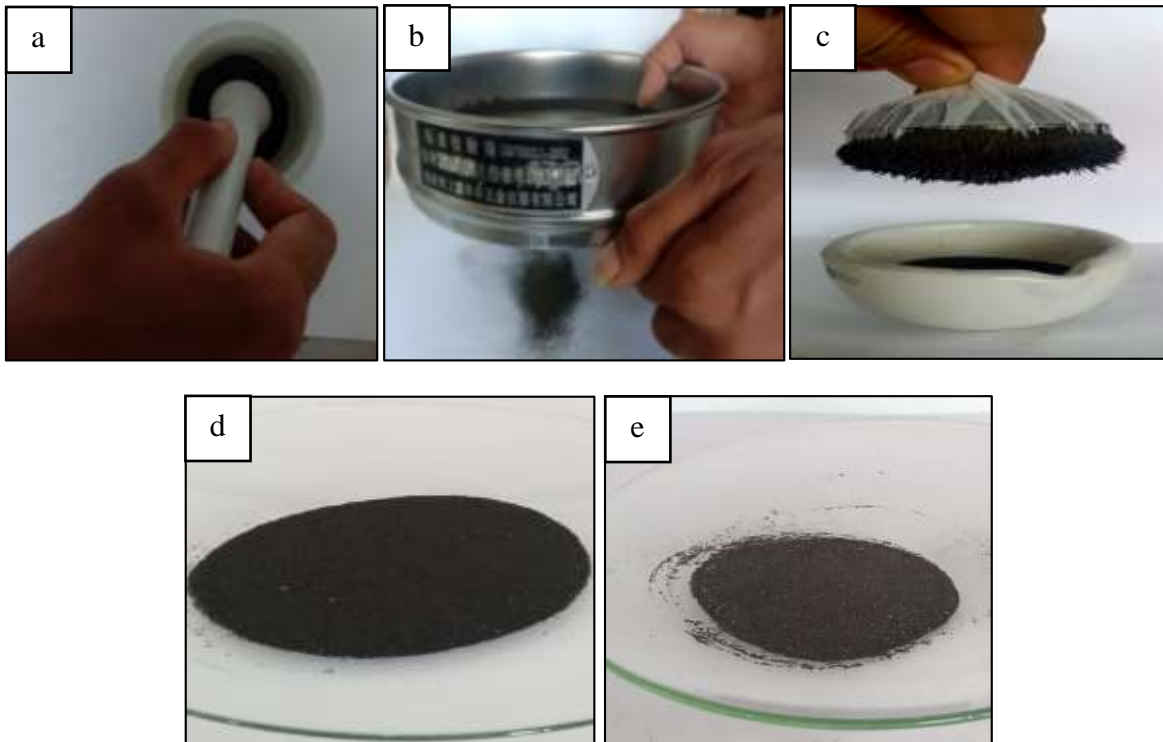


Gambar 3. Kondisi fisik pasir besi pantai Hais

Gambar di atas menunjukkan bahwa pasir besi dalam kondisi basah lebih padat/terkumpul, sedangkan setelah kering material tampak terurai dan lebih halus. Selain itu, selama proses pengambilan pasir besi, material-material lain juga terikut. Hal ini tampak pada Gambar 4a dimana terdapat warna yang berbeda, kuning kecoklatan dan hitam mengkilap.

Pasir besi yang telah kering selanjutnya dilakukan proses penggerusan, pengayakan dan proses pemisahan pasir besi yang ditarik serta yang tidak dapat ditarik oleh magnet dapat dilihat pada Gambar 4.

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 Ompu, Kecamatan Lolak Kabupaten Bolaang Mongondow Sulawesi Utara tersaji pada Tabel 1.



Gambar 4. (a) Proses penggerusan, (b) proses pengayakan, (c) proses penarikan dengan magnet, (d) pasir besi yang ditarik magnet, dan (e) pasir besi yang tidak ditarik magnet

Tabel 1. Kandungan unsur dan senyawa yang terdapat pada pasir besi Pantai Ompu, Kecamatan Lolak Kabupaten Bolaang Mongondow Sulawesi Utara

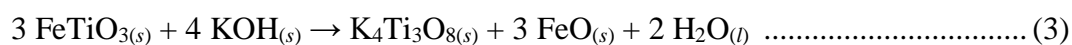
Oksida	Konsentrasi %	
	Sebelum ditarik magnet	Setelah ditarik magnet
Al ₂ O ₃	7.0	3.5
SiO ₂	15.2	14.4
K ₂ O	0.43	0.36
CaO	2.98	2.90
TiO₂	7.48	8.20
V ₂ O ₅	0.45	0.49
Cr ₂ O ₃	0.14	0.15
MnO	0.43	0.45
Fe ₂ O ₃	72.17	67.18
ZnO	0.06	0.03
Rb ₂ O	0.20	0.23
Eu ₂ O ₃	0.51	0.59

Dari tabel di atas dapat dilihat bahwa semua oksida ataupun unsur-unsur yang terdapat pada pasir besi membentuk senyawa-senyawa yang mengandung paduan unsur-unsur selain Fe dengan Fe itu sendiri sehingga dapat ditarik oleh magnet, hal ini disebabkan karena Fe bersifat dapat ditarik

oleh magnet. Demikian pula untuk unsur Ti dan Fe membentuk senyawa yang dapat ditarik oleh magnet, seperti FeTiO_3 (ilmenit) dan $\text{Fe}_2\text{TiO}_4\text{-Fe}_2\text{O}_4$ (titanomagnetit) (Karbeka *et al.*, 2020; Nuryono, *et al.*, 2019). Tabel juga menunjukkan bahwa kandungan tertinggi yang terdapat pada pasir besi adalah oksida besi, Fe_2O_3 diikuti oleh oksida Ti, TiO_2 baik sebelum dan setelah ditarik oleh magnet. Untuk senyawa TiO_2 , sebelum ditarik magnet sebesar 7,48 % dan setelah ditarik magnet sebesar 8,20 %. Ini menunjukkan bahwa pengaruh penggunaan magnet meningkatkan kandungan Ti dalam sampel yang akan digunakan dalam penelitian selanjutnya. Melihat hasil XRF tersebut dan jumlah sampel pasir besi yang digunakan dalam penelitian ini (10 gram) maka dapat dikatakan bahwa massa TiO_2 di dalam sampel pasir besi yang digunakan sekitar 0,802 gram.

5.2 Dekomposisi Pasir Besi

Proses dekomposisi diawali dengan pencampuran antara pasir besi (dalam hal ini yang telah ditarik magnet) dengan basa KOH (pelet). Tujuan dekomposisi adalah mengekstraksi TiO_2 dari unsur-unsur atau senyawa lain, khususnya unsur Fe pada senyawa-senyawa yang terdapat pada pasir besi (Setiawati *et al.*, 2013). Dalam proses dekomposisi ini, pasir besi dan KOH dicampur dengan cara digerus agar pasir dan KOH dapat tercampur dengan baik, dimana KOH berperan sebagai zat pencampur agar campuran pasir besi dan KOH relatif homogen karena KOH lambat laun akan mencair saat digerus dengan pasir besi (Dong *et al.*, 2012). Selanjutnya, campuran pasir besi dan KOH dipanaskan pada suhu 600°C sehingga senyawa-senyawa yang mengandung Ti terpisah dengan senyawa-senyawa yang mengandung Fe, dimana ion-ion Ti terikat dengan ion-ion K^+ dari basa dan ion Fe membentuk oksida besi. Menurut Yumin *et al.*, (2006), unsur Ti lebih banyak terdapat pada senyawa FeTiO_3 sehingga reaksi dekomposisi seperti yang tersaji pada Persamaan 3 berikut.



Persamaan di atas menunjukkan bahwa dekomposisi pasir besi dengan KOH menghasilkan kalium titanat ($\text{K}_4\text{Ti}_3\text{O}_8$). Menurut Middlemas *et al.*, (2013) memaparkan bahwa dengan membentuk kalium titanat, secara kimiawi TiO_2 telah terekstraksi dan akan terpisah dari besi oksida dan pengotor lainnya. Dengan demikian, kalium titanat yang terkandung dalam endapan tidak ikut terlarut saat pencucian dengan akuades sehingga kandungan titanium dalam sampel akan tetap tertinggal dalam endapan saat dilakukan proses penyaringan. Dengan

demikian, dalam filtrat pencucian hanya terdapat spesi-spesi pengotor yang kemungkinan besar konsentrasi terbesar adalah spesi Fe.

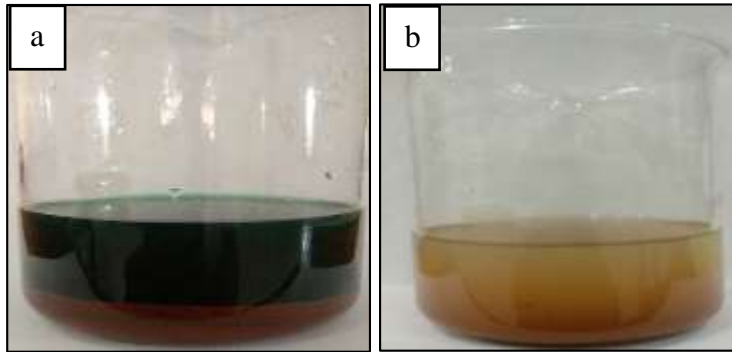
Informasi menunjukkan bahwa dengan meningkatnya jumlah KOH yang diberikan maka produk reaksi juga semakin besar. Massa produk yang dihasilkan dari proses dekomposisi KOH:pasir besi masing-masing dari hasil perbandingan yaitu 6:10, 10:10 dan 12:10 (b/b). Dan hal ini mirip dengan hasil penelitian Dong *et al.*, (2012). Adapun bentuk padatan dari proses dekomposisi setelah dilakukan pemanasan dalam tanur dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Produk hasil dekomposisi KOH:pasir besi

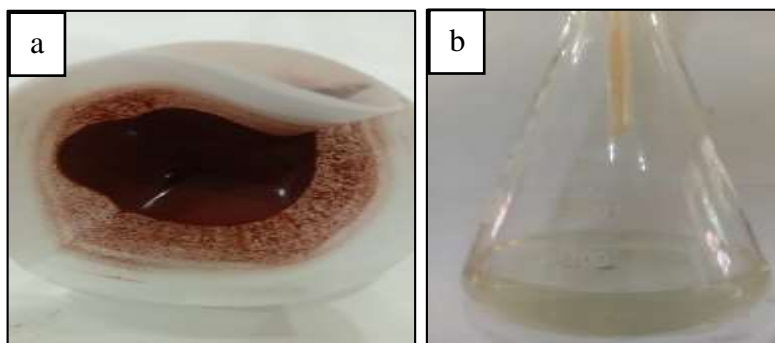
Gambar diatas menunjukkan bahwa padatan yang terbentuk dari hasil dekomposisi berwarna merah bata dan juga terdapat warna hijau pada bagian permukaan. Warna merah bata ini menunjukkan bahwa produk hasil dekomposisi mengandung senyawa besi dengan bilangan oksidasi +2. Selanjutnya, produk padatan ini dipindahkan ke dalam gelas kimia dan ditambahkan dengan aquades (Gambar 6a). Tampak bahwa warna larutan berwarna hijau dan endapan berwarna merah bata yang mengendap di dasar gelas kimia. Hal ini menunjukkan bahwa adanya spesi besi (II) yang larut dalam aquades. Tujuan dari pencucian ini dilakukan untuk mengurangi kandungan besi dalam padatan/residu. Kandungan besi dalam larutan ini merupakan pengotor yang harus dipisahkan (Yu dan Jiayong, 1989). Adapun warna pada saat dilakukan pencucian dapat dilihat pada Gambar 6.

Gambar 6 menunjukkan bahwa saat pencucian dilakukan, warna filtrat berubah dari hijau menjadi kuning kemerahan seperti yang dilihat pada Gambar 6b. Warna kuning kemerahan ini menandakan adanya perubahan bilangan oksidasi besi terlarut dari +2 menjadi +3 dimana bentuk besi (III) lebih stabil dibandingkan besi (II). Pencucian dengan aquades ini dilakukan hingga pH filtrat menjadi 7 dan filtrat tidak berwarna. Hasil akhir menunjukkan bahwa filtrat yang tidak berwarna lagi menghasilkan endapan berwarna merah kecoklatan.



Gambar 6. (a). Warna merah bata kehijauan, (b). Warna kuning kemerahan dari hasil pencucian dengan aquades

Warna merah kecoklatan ini mengindikasikan kandungan besi dalam padatan/residu telah dipisahkan oleh adanya penambahan KOH pada proses dekomposisi (Simpraditpan *et al.*, 2013). Adapun hasil dari penyaringan dapat dilihat pada Gambar 7.



Gambar 7. (a). Residu hasil pencucian, (b) Filtrat

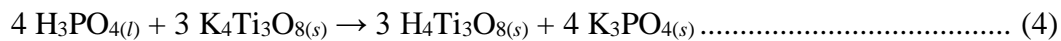
Padatan yang dihasilkan dari hasil pencucian kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 3 jam dan dimasukkan dalam desikator sampai masa padatan konstan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa semakin banyak KOH yang ditambahkan maka semakin banyak pula produk yang dihasilkan masing-masing dari perbandingan KOH:pasir besi 6:10, 10:10 dan 12:10 (b/b).

5.3 Pelindian dengan H_3PO_4

Proses pelindian ini diawali dengan menambahkan padatan yang diperoleh dari hasil dekomposisi dengan asam H_3PO_4 . Tujuan dari pelindian adalah untuk memisahkan TiO_2 dari unsur-unsur atau senyawa dan pengotor lain, khususnya unsur Fe yang masih terkandung dalam endapan (Zhang *et al.*, 2012). Pelindian dilakukan dengan menggunakan proses refluks pada

suhu 80°C selama 2 jam dengan kecepatan 375 rpm. Pelindian dengan H₃PO₄ memungkinkan titanium yang terkandung dalam residu terhidrolisis dan bereaksi dengan molekul air membentuk hidrat yang tidak larut dalam air (Mostafa *et al.*, 2012).

Menurut Zhang *et al.*, (2012) dalam jurnalnya bahwa H₃PO₄ menyediakan ion H⁺ yang lebih banyak dibandingkan asam-asam kuat lainnya sehingga bereaksi dengan kalium titanat (K₄Ti₃O₈) dalam padatan dengan kemungkinan reaksi sebagai berikut:



Proses pelindian melalui refluks asam fosfat dengan endapan hasil hidrolisis menghasilkan larutan berwarna merah muda dan adanya endapan berwarna abu-abu dan juga sedikit yang berwarna putih. Warna merah muda dalam filtrat mengindikasikan bahwa masih adanya senyawa-senyawa besi dan pengotor lainnya yang ikut terlarut dalam larutan selama proses pelindian. Produk hasil pelindian ini memiliki warna yang relatif sama untuk semua konsentrasi H₃PO₄ yaitu 1, 2 dan 3M serta untuk semua perbandingan KOH:pasir besi. Adapun hasil dari pelindian dapat dilihat pada Gambar 8 berikut.

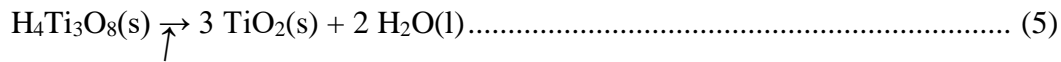


Gambar 8. Hasil pelindian dengan H₃PO₄

Dalam penelitian, Li *et al.*, (2008) menunjukkan bahwa kelarutan Fe semakin meningkat seiring dengan kenaikan konsentrasi asam. Dalam penelitian ini juga diperoleh hasil yang sama, dari (Tabel 5) dapat diketahui bahwa semakin tinggi konsentrasi H₃PO₄ yang digunakan dalam pelindian, maka kadar Fe yang diperoleh dalam filtrat pelindian semakin besar. Kandungan Fe³⁺ dapat dilihat secara fisik dari warna filtrat pelindian yang semakin pekat seiring dengan peningkatan konsentrasi H₃PO₄ yang digunakan dalam proses pelindian.

Hasil pelindian ini selanjutnya disaring dan endapan yang diperoleh dicuci dengan aquades dan dihasilkan endapan berwarna putih keabuan. Tujuan pencucian ini dilakukan karena

dimungkinkan masih terdapat ion-ion Fe^{3+} yang tertinggal pada endapan (Scott 2013). Produk pelindian ini dikeringkan ke dalam oven pada suhu 110°C selama 4 jam dan padatan dikalsinasi pada suhu 650°C selama 2 jam untuk menghasilkan *rutile* dengan reaksi sebagai berikut (Rajakaruna *et al.*, 2020):



Adapun endapan yang dihasilkan dari hasil pelindian dapat dilihat pada Gambar 9.



Gambar 9. Padatan hasil pelindian

Massa produk hasil pelindian yang dihasilkan dari masing-masing perbandingan dapat dilihat pada Tabel 2. Tabel menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi H_3PO_4 yang diberikan maka semakin banyak pula produk yang dihasilkan. Namun demikian, meningkatnya KOH yang ditambahkan maka massa produk yang dihasilkan juga semakin tinggi hingga pada perbandingan KOH:pasir besi 10:10 (b/b) dan pada perbandingan KOH:pasir besi 12:10 (b/b), massa produk pelindian menurun. Informasi ini menunjukkan bahwa massa KOH 10 gram adalah massa optimum untuk menghasilkan produk pelindian.

Tabel 2 menunjukkan bahwa sebagian besar massa produk pelindian bertambah dari jumlah sampel yang digunakan sebelumnya, yaitu 10 gram (hasil dekomposisi). Ini menunjukkan bahwa diduga selama proses pelindian terjadi reaksi yang mengakibatkan terbentuknya senyawa yang baru. Namun demikian, untuk mengetahui banyaknya kandungan TiO_2 yang terekstraksi, peneliti hanya melakukannya di sampel filtrat hasil pelindian, sedangkan di sampel residu/padatannya di analisis dengan XRD (hanya secara kualitatif).

Tabel 2. Produk hasil pelindian dengan H₃PO₄

Perbandingan KOH:pasir besi (b/v)	Konsentrasi H₃PO₄ (M)	Hasil (gr)
6:10	1	8,9136
	2	9,1884
	3	13,6011
10:10	1	11,2671
	2	11,4013
	3	12,5384
12:10	1	10,3735
	2	10,4445
	3	10,6011

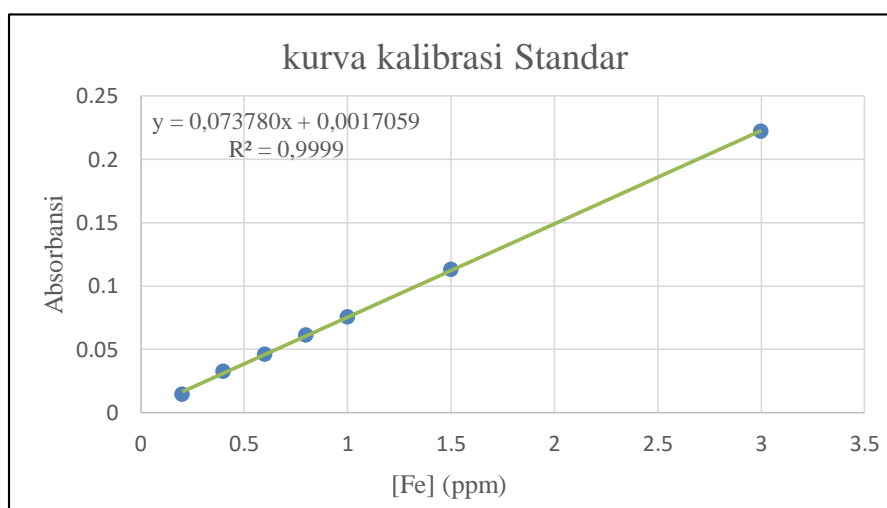
5.4 Analisis dan Karakterisasi

5.4.1 Analisis dengan AAS

Hasil filtrat dekomposisi dan filtrat pelindian dianalisis kandungan logam besi (Fe) dengan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS). Analisis dengan AAS ini untuk mengetahui adanya kandungan logam Fe yang terkandung dalam filtrat tersebut. Pada pembacaan dengan AAS, ada beberapa hal yang perlu dipersiapkan, seperti mengkalibrasi alat dan menyiapkan larutan standar logam Fe. Pada metode analisis ini menggunakan prosedur yang telah ditetapkan di BARISTAND Manado yaitu prosedur SNI 3554:2015. Pengenceran larutan standar Fe 1000 ppm menjadi larutan Fe dengan konsentrasi 100 ppm dalam labu ukur 250 mL. Larutan besi (Fe) 100 ppm ini digunakan untuk membuat larutan standar Fe dengan konsentrasi 0,00; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1; 1,5; 3 dalam satuan (ppm). Setelah dilakukan pengenceran, selanjutnya diukur nilai absorbansi maksimum dari masing-masing larutan standar tersebut, serta dibuat kurva kalibrasi standar dan ditentukan persamaan garis lurus nya. seperti yang tersaji pada Tabel 3, dan kurva kalibrasi standar dapat dilihat pada Gambar 10.

Tabel 3. Hasil serapan Fe pada AAS untuk kalibrasi standar

Konsentrasi Fe (ppm)	Absorbansi
0.0000	0.0011
0.2000	0.0146
0.4000	0.0327
0.6000	0.0460
0.8000	0.0613
1.0000	0.0758
1.5000	0.1132
3.0000	0.2223



Gambar 10. Kurva Kalibrasi Standar Fe

Dari data yang diperoleh dihasilkan absorbansi dengan konsentrasi dalam persamaan garis $y = 0.073780x + 0.0017059$. Dari persamaan garis linear yang dihasilkan akan dipakai dalam menentukan konsentrasi Fe dari filtrat hasil dekomposisi dan pelindian. Nilai koefisien korelasi (r^2) yang diperoleh adalah $R^2 = 0.9999$ nilai ini sudah melebihi dari standar koefisien relasi (r^2) yang ditetapkan yaitu $R^2 = 0.9995$. Koefisien korelasi (r^2) yang mendekati 1 dari kurva kalibrasi menunjukkan korelasi antara konsentrasi dan absorbansi dalam hal ini sesuai dengan hukum Lambert-Beer yaitu $A = abc$, dimana nilai absorbansi (A) berbanding lurus dengan nilai konsentrasi (c) (Maria, 2006).

Tahapan selanjutnya adalah analisis kandungan logam Fe dari hasil filtrat dekomposisi dengan variasi rasio massa KOH:pasir besi. Pada pengujian dengan AAS, sampel yang

dibutuhkan dari masing-masing filtrat adalah 5 mL. Adapun hasil pengujian logam Fe dari hasil filtrat dekomposisi dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Konsentrasi logam Fe pada filtrat dekomposisi

Rasio Massa KOH:Pasir Besi (b/b)	Absorbansi	Konsentrasi Fe (ppm)
6:10	0,0025	0,0108
10:10	0,0047	0,0406
12:10	0,0070	0,0718

Hasil penelitian menunjukkan bahwa dari hasil AAS dapat diketahui bahwa kandungan besi dalam filtrat sebesar kurang dari 1 ppm. Kandungan besi yang mampu dipisahkan dengan pencucian akuades sangat kecil. Hal ini dimungkinkan karena besi tidak terhidrolisis sempurna dalam air sehingga kandungan besi dalam endapan masih cukup besar. Tabel di atas menunjukkan bahwa bertambahnya massa KOH yang ditambahkan maka meningkatkan konsentrasi logam Fe pada filtrat hasil dekomposisi dari 6 gram ke 12 gram. Bila dilihat dari Persamaan reaksi 3, seharusnya semua ion-ion Fe berada pada bagian residu (wujud padat), namun faktanya (dari Tabel 4) logam Fe masih terdapat pada filtratnya. Ini menunjukkan bahwa tidak semua ion-ion Fe dapat terdekomposisi dengan ditamhkannya basa kuat KOH dan diikuti dengan pemanasan suhu 600°C dan tetap berada dalam residu. Namun demikian, konsentrasi logam Fe di dalam filtrat relatif sedikit.

Selanjutnya, analisis kandungan logam Fe dalam filtrat hasil pelindian dengan variasi konsentrasi H₃PO₄. Adapun hasil pengujian logam Fe pada filtrat hasil pelindian dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Konsentrasi logam Fe pada filtrat pelindian

Rasio Massa KOH:pasir besi (b/v)	Konsentrasi H₃PO₄ (M)	Absorbansi	Konsentrasi Fe (ppm)
6:10	1	0,0416	0,540 × 10 ³
	2	0,0518	0,679 × 10 ³
	3	0,1346	1,801 × 10 ³
10:10	1	0,0598	0,787 × 10 ³
	2	0,0608	0,800 × 10 ³
	3	0,1368	1,831 × 10 ³
12:10	1	0,0688	0,909 × 10 ³
	2	0,1240	8,287 × 10 ³
	3	0,2352	15,823 × 10 ³

Hasil penelitian menunjukkan bahwa meningkatnya konsentrasi H_3PO_4 maka konsentrasi logam besi pada filtrat hasil pelindian juga semakin meningkat. Hal ini juga berlaku pada penambahan basa KOH dimana bertambahnya massa KOH maka konsentrasi logam besi juga semakin meningkat pada filtrat pelindian. Informasi ini menunjukkan bahwa rasio massa KOH:pasir besi 12:10 menghasilkan konsentrasi logam besi yang paling tinggi. Tingginya konsentrasi logam Fe pada filtrat hasil pelindian sejalan dengan data dari Tabel 4, dimana bertambahnya massa KOH maka konsentrasi logam Fe pada filtrat dekomposisi juga bertambah. Selain itu, hasil analisis filtrat dengan AAS menunjukkan bahwa konsentrasi Fe dalam filtrat pelindian (Tabel 5) jauh lebih besar dibandingkan konsentrasi Fe dalam filtrat dekomposisi (Tabel 4). Hal ini menunjukkan bahwa pelindian dengan H_3PO_4 memiliki kemampuan yang cukup besar untuk mengekstraksi besi dari padatan seperti yang dijelaskan oleh Zhang *et al.*, (2012).

5.4.2 Analisis dengan ICP-OES

Analisis dengan ICP-OES dilakukan untuk mengetahui kandungan titanium (Ti) pada filtrat hasil pelindian karena dengan AAS, logam Ti tidak dapat dianalisis. Filtrat yang diperoleh dari hasil pelindian, dianalisis kandungan logam Ti menggunakan ICP-OES dan yang dianalisis hanya filtrat dari perbandingan KOH:pasir besi 12:10 pada konsentrasi H_3PO_4 3M. Adapun hasil analisis kandungan Ti dengan ICP-OES tersaji pada Tabel 6.

Tabel 6. Konsentrasi Ti pada filtrat pelindian dari perbandingan KOH:pasir besi 12:10 pada konsentrasi H_3PO_4 3M

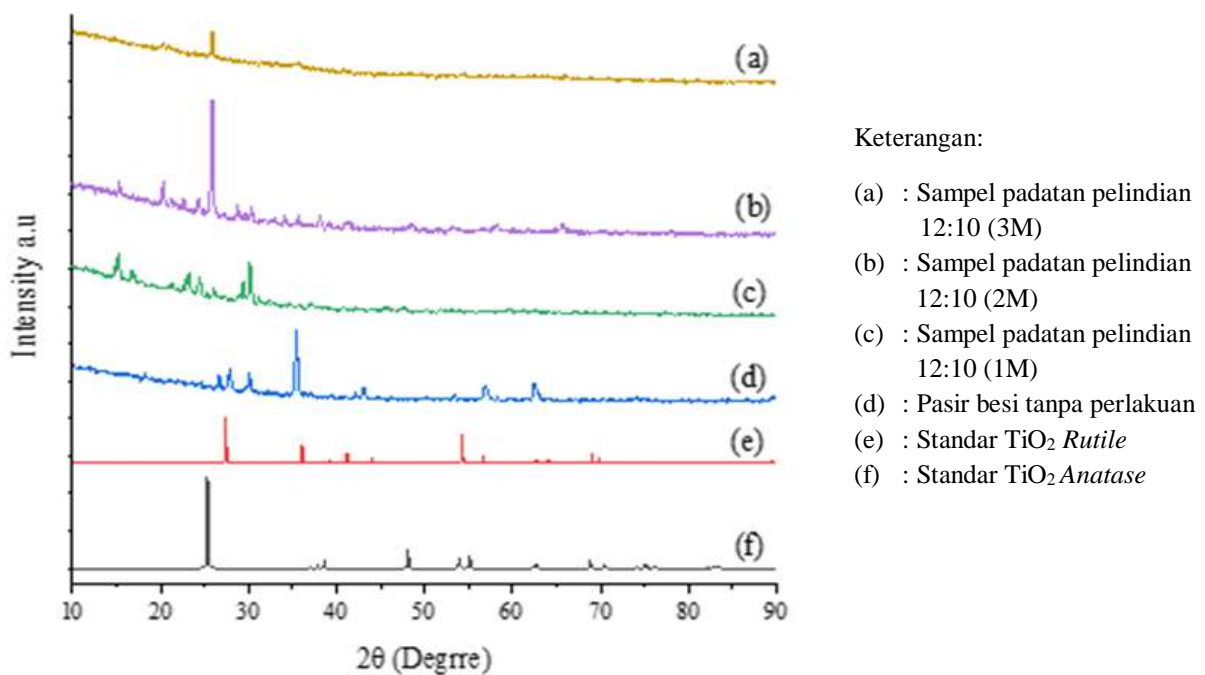
Unsur	Konsentarsi (mg/L)
Ti	0,5
Fe	994
Mg	161
Si	290
Al	686

Tabel diatas menunjukkan bahwa kandungan Ti pada filtrat hasil pelindian yang telah dilindi dengan H_3PO_4 3M, yaitu sebesar 0,5 mg/L, sedangkan untuk konsentrasi Fe yaitu sebesar 994 mg/L. Informasi ini menunjukkan bahwa hanya sedikit logam Ti yang terekstraksi di bagian filtrat hasil pelindian.

Li *et al.*, (2008) menjelaskan bahwa konsentrasi asam memiliki pengaruh yang signifikan dalam proses pelindian baik pada titanium (Ti) maupun besi (Fe) dari senyawa ilmenit. Hal ini menunjukkan bahwa Ti dan Fe sama-sama terlarut pada proses pelindian, perbedaan tingkat kelarutan Ti dan Fe tergantung pada reaksi hidrolisis. Pada proses pelindian ini dimana H_3PO_4 berperan sebagai agen pelindi untuk memisahkan kandungan Ti dari endapan pasir besi.

5.4.3 Analisis X-Ray Diffractometry (XRD)

Padatan yang dihasilkan dari hasil pelindian dikarakterisasi dengan XRD. Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui telah terbentuknya partikel-partikel TiO_2 dari sumbernya yaitu pasir besi yang terdapat pada sampel padatan hasil pelindian. Selain itu, untuk mengetahui bahwa TiO_2 telah terekstraksi dari sumber pasir besi. Pola difraktogram produk TiO_2 ditunjukkan pada Gambar 11 dan data daerah 2θ untuk standar TiO_2 , dan sampel dari masing-masing perbandingan tersaji pada Tabel 7.



Gambar 11. Difraktogram Nanopartikel TiO_2

Gambar 11 di atas menunjukkan bahwa secara kualitatif bahwa TiO_2 telah terekstraksi dari sumber pasir besi Pantai Hais, yang ditandai dengan munculnya puncak-puncak dengan daerah 2θ yang mirip dengan standar TiO_2 rutile dan anatase. Namun demikian, produk hasil penelitian ini adalah campuran TiO_2 dengan senyawa lain, yang ditandai dengan munculnya puncak-puncak dengan daerah 2θ yang berbeda dengan standar TiO_2 . Selain itu, penelitian ini tidak dilakukan analisis lebih lanjut untuk mengetahui banyaknya TiO_2 yang terkestraksi.

Tabel 7. Perbandingan daerah $2\theta(^{\circ})$

TiO ₂ Anatase (Standar) $2\theta(^{\circ})$	TiO ₂ Rutil (Standar) $2\theta(^{\circ})$	Pasir besi pantai Hais $2\theta(^{\circ})$	Sampel TiO ₂		
			(1M) $2\theta(^{\circ})$	(2M) $2\theta(^{\circ})$	(3M) $2\theta(^{\circ})$
25	27	26,6361	25,2544	28,7247	25,8247
36	37,8				
48	47,9		47,5687		
54		53,451		53,1987	
	56	56,8511		58,1916	
62,63	62,8	62,4903		61,7124	

Bila melihat difraktogram di atas, tampak bahwa produk padatan TiO₂ hasil pelindian masih bercampur dengan produk lain. Ini ditandai dengan munculnya puncak-puncak pada daerah 2θ selain puncak-puncak anatase dan rutil. Difraktogram XRD hasil penelitian ini dibandingkan dengan data standar dari *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD). Daerah 2θ untuk senyawa TiO₂ standar dari ICSD No. 200392 Anatase dan No. 202240 Rutil memiliki 5 puncak tertinggi/dominan. Pada pasir besi Pantai Hais dan sampel padatan pelindian dengan perbandingan 12:10 (2M) menunjukkan 4 puncak dominan dengan daerah 2θ yang mirip dengan TiO₂ standar dari ICSD No. 200392 Anatase dan No. 202240 Rutil. Namun demikian, sampel padatan pelindian 12:10 (1M) hanya memiliki 2 puncak (lebih mirip rutil) dan 12:10 (3M) hanya memiliki 1 puncak (lebih mirip anatase). Daerah 2θ yang lain tidak muncul dimungkinkan karena konsentrasi TiO₂ pada produk hasil pelindian relatif sedikit yang ditandai dengan intensitas tiap daerah 2θ relatif rendah dan puncak relatif tidak muncul, dibandingkan dengan standar. Untuk melihat dan mengetahui lebih jelas difraktogram tiap sampel dapat dilihat pada Lampiran 3. Untuk menghitung ukuran kristal nanopartikel TiO₂ menggunakan persamaan Scherrer berdasarkan data *Full Width at Half Maximum* (FWHM) dan hasilnya tersaji pada Tabel 8.

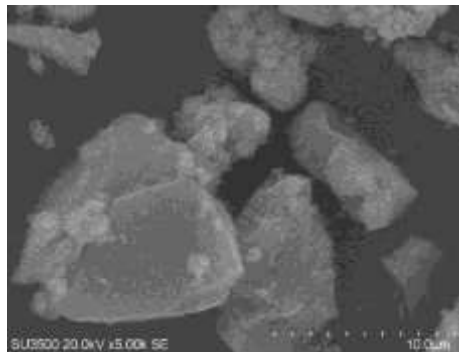
Tabel 8. Ukuran kristal nanopartikel TiO₂

Padatan Pelindian	D (nm) TiO ₂
Pasir besi tanpa perlakuan	73,618
12:10 (1M)	57,067
12:10 (2M)	33,619
12:10 (3M)	29,886

Tabel diatas menunjukkan bahwa ukuran kristal Nanopartikel TiO_2 untuk pasir besi itu sendiri memiliki ukuran partikel yang besar, ketika pasir besi dilakukan perlakuan memiliki ukuran partikel yang kecil. Pada hasil padatan pelindian dari perbandingan KOH:pasir besi 12:10, pada konsentrasi H_3PO_4 3M memiliki ukuran partikel yang sangat kecil dibandingkan dengan 12:10 (1 dan 2M). Diketahui bahwa pada konsentrasi 1 dan 2M ini belum memiliki struktur kristal yang sempurna karena masih banyak pengotor yang terdapat dalam padatan. Dari difraktogram tersebut dapat diketahui bahwa ada pengaruh konsentrasi H_3PO_4 terhadap intensitas puncak. Informasi ini menunjukkan bahwa intensitas puncak pada nilai-nilai 2θ tersebut meningkat pada konsentrasi H_3PO_4 (1 dan 2M). Hal ini menunjukkan bahwa dalam penelitian ini rasio massa KOH:pasir besi 12:10, pada konsentrasi H_3PO_4 3M merupakan massa optimum.

5.4.4 Analisis SEM

Pengamatan morfologi pasir besi yang telah ditarik oleh magnet dilakukan dengan menggunakan SEM dengan perbesaran 5000 kali. Hasil karakterisasinya dapat dilihat pada Gambar 12.



Gambar 12. Citra SEM dari sampel pasir besi yang telah ditarik oleh magnet

Dari hasil pengamatan SEM, tampak bahwa morfologi pasir besi memiliki bentuk yang relatif besar. Namun, tampak bahwa sebagian material-material yang berukuran relatif kecil menempel pada permukaan material yang besar.

5.4.5 Uji Aktivitas Antibakteri

Padatan pelindian dari hasil ekstraksi diuji efektivitas antibakteri, yaitu terhadap bakteri Gram-negatif (*E.coli*) dan Gram-positif (*S.aureus*) dengan kontrol positif berupa cyprofoxasin yang aktif terhadap gram-positif maupun gram-negatif. Uji aktivitas antibakteri diukur berdasarkan daya hambat pertumbuhan bakteri. Hasil daya hambat pertumbuhan bakteri yang diukur pada penelitian ini hanya sampel padatan hasil pelindian yang bersumber dari

perbandingan massa KOH:pasir besi 12:10 pada konsentrasi H₃PO₄ 3M datanya tersaji pada Tabel 9.

Tabel 9. Hasil data daya hambat terhadap bakteri *E.coli* dan *S.aureus*.

Sampel	<i>E. Coli</i>			<i>S. Aureus</i>		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Rata-rata (mm)	Ulangan 1	Ulangan 2	Rata-rata (mm)
Pasir besi tanpa perlakuan	9,5	11	5,5	9,5	8,5	4
Padatan pelindian 12:10 3M	14,5	13	8,75	13,5	15,5	9,5
Kontrol Positif	17,5	17,5	12,5	23	23	18
Kontrol Negatif	0	0	0	0	0	0

Dari tabel diatas, hasil uji aktivitas antibakteri pada pasir besi Pantai Hais memiliki daya hambat sebesar 5,5 mm untuk bakteri *E. coli* dan 4 mm untuk bakteri *S. aureus*. Hal ini menunjukkan bahwa pasir besi itu sendiri memiliki kemampuan untuk menghambat pertumbuhan bakteri meskipun rendah. Sementara itu, ketika dilakukan perlakuan terhadap pasir besi, yaitu padatan hasil pelindian, hasil pelindian menunjukkan bahwa daya hambat naik hingga mencapai 8,75 mm untuk *E.coli* dan 9,5 mm untuk *S.aureus* pada sampel dengan perbandingan KOH:pasir besi 12:10, pada konsentrasi H₃PO₄ 3M. Informasi ini menunjukkan bahwa sampel padatan hasil pelindian yang bersumber dari perbandingan massa KOH:pasir besi 12:10 pada konsentrasi H₃PO₄ 3M dengan ukuran 29,886 nm mampu menghambat pertumbuhan antibakteri, baik *E.coli* maupun *S.aureus* (Wan *et al.*, 2012).

Pada dasarnya nanopartikel menempel pada dinding sel bakteri dan menembus membran selnya. Hal ini dapat terjadi karena ukuran bakteri sekitar 0,7-1,2 µm untuk bakteri *S.aureus* dan sekitar 1,1 µm dengan diameter 0,7 µm untuk bakteri *E.coli* (Craig *et al.*, 2006; Jawetz *et al.*, 2012) atau 700-1200 nm dan 1100 nm. Akibat masuknya partikel ini, dinding sel bakteri yang tebal dan kasar menjadi rusak mengakibatkan degradasi serta hilangnya sitoplasma dan menyebabkan kematian sel (Kooti *et al.*, 2014).

Informasi ini menunjukkan bahwa aktivitas antibakteri nanopartikel TiO₂ yang dihasilkan lebih besar terhadap bakteri *S.aureus* dari pada *E.coli* dalam menghambat pertumbuhan bakteri. Dengan demikian nanopartikel TiO₂ ini lebih efektif dalam menghambat pertumbuhan bakteri Gram-positif *S.aureus*.

BAB 6. KESIMPULAN DAN SARAN

6.1. Kesimpulan

1. Nanopartikel TiO₂ berhasil diekstrak dari pasir besi pantai Ompu yang terdapat di Kecamatan Lolak Kabupaten Bolaang Mongondow, Provinsi Sulawesi Utara menggunakan agen pelindian H₃PO₄ dan dekomposisi KOH, namun masih bercampur dengan senyawa lain
2. Ukuran nanopartikel TiO₂ yang dihasilkan yaitu 73,618 nm dari pasir besi tanpa perlakuan dan sampel padatan pelindian 12:10 (1, 2 dan 3M) yaitu 57,069 nm, 33,619 nm dan 29,886 nm dari perbandingan KOH:pasir besi dan konsentrasi H₃PO₄.
3. Aktivitas antibakteri dipengaruhi oleh ukuran nanopartikel yang terbentuk semakin kecil ukuran dari nanopartikel TiO₂ maka semakin baik untuk menghambat pertumbuhan bakteri. Padatan hasil pelindian dari perbandingan KOH:pasir besi 12:10 (b/b) pada konsentrasi H₃PO₄ 3M, menghasilkan hasil terbaik yaitu 8,75 mm untuk bakteri *E.coli* dan 9,5 mm untuk bakteri *S.aureus* dibandingkan sampel pasir besi itu sendiri.

6.2 Saran

Untuk penelitian selanjutnya adalah perlu dipelajari tentang variasi rasio massa KOH:pasir besi dan konsentrasi H₃PO₄ optimum untuk perolehan titanium dioksida (TiO₂) dari pasir besi hasil ekstraksi.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdelfattah, N.A., 2014, "Preparation of Titanium Dioxide Anatase Pigment from Rosetta Ilmenite Concentrate via the Sulfate Route", 4th International Conference on Radiation Sciences and Applications, 13-17/10/2014, Taba, Egypt. pp. 131-138.
- Agatzini-Leonardou, S., P. Oustadakis, P.E. Tsakiridis, and C.H. Markopoulou, 2008, "Titanium leaching from red mud by diluted sulfuric acid at atmospheric pressure. *J. Hazard. Mater* **157**, pp. 579–586.
- Arao, J., W. Walter, and M. Carvalho, 2011, "Titanium recovery from lowgrade titaniferous minerals", *Hydrometallurgy* **109**, pp. 230–236.
- Begum, N., A. Maisyarah, M.F. Bari, K.R. Ahmad, and N.H. Zaidi, 2012, "Leaching behaviour of Langkawi black sand for the recovery of titanium", *APCBEE Procedia* **3**, pp. 1–5.
- Boybul dan Haryati, I. 2009. Analisis Unsur Pengotor Fe, Cr, dan Ni Dalam Larutan Uranil Nitrat Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom. *Jurnal Seminar Nasional V SDM Teknologi Nuklir*. ISSN 1978-0176, 566.
- Craig, R. G., Powers J. M., Wataha J. C., 2006. *Dental Materials Properties And Manipulation*, Ed 12, Missouri: Mosby, pp. 145-146.
- Das, G.K., Y. Pranolo, Z. Zhu, and C.Y. Cheng, 2013, "Leaching of ilmenite ores by acidic chloride solutions", *Hydrometallurgy* **133**, pp. 94–99.
- Diebold, U., 2003, "The surface science of titanium dioxide", *Surf. Sci. Rep.* **48**, pp. 53–229.
- Dong, W., J. Chu, J. Li, T. Qi, and W. Weng, 2012, "Anti Caking in The Production of Titanium Dioxide Using Low Grade Titanium Slag Via the NaOH Molten Salt Methode", *Powder Technology* **232**, pp. 99-105.
- Dubchak, S., Ogar, A., Mietelski, J. W. and Turnau, K. 2010. Influence of Silver and Titanium Nanoparticles on Arbuscular Mycorrhiza Colonization and Accumulation of Radiocaesium in Helianthus annuus. *Spanyol Journal of Agricultural Research*. **8**, 103-108.
- El-Hazek, N., T. A. Lasheen, R. El-Sheikh, and S. A. Zaki, 2007, "Hydrometallurgical criteria for TiO₂ leaching from Rosetta ilmenite by hydrochloric acid, *Hydrometallurgy* **87**, pp. 45–50.
- Farrel, K.A., 2001, "Synthesis Effects on Grain Size and Phase Content in the Anatase-Rutile TiO₂ System", MSc Thesis, Worcester Polytechnic, UK.
- Fiorentino F. A. M. and Salgado, H. R. N. 2012. Development and Validation of a UV-Spectrophotometric Method for Determination of Flucloxacillin Sodium in Capsules. *Current Pharmaceutical Analysis*. **8**, 101-106.
- Firdiyono, F., R. Subagja, L. H. Lalasari, I. Setiawan, and N. Indah, 2010, "Recovery TiO₂ dari larutan TiO(SO₄) hasil ekstraksi bijih ilmenit Bangka Menggunakan Proses Sol Gel," Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI (2010).
- Gázquez, M.J., J.P. Bolívar, R. Garcia-Tenorio, and F. Vaca, 2014, "A review of the production cycle of titanium dioxide pigment, *Mater. Sci. Appl.* **5**, pp. 441–458.
- Girao, A.V. 2017. *Application of Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDS)*. Portugal : University of Aveiro
- Haverkamp, R., D. Kruger, and R. Rajashekar, 2016, "The digestion of New Zealand ilmenite by hydrochloric acid", *Hydrometallurgy* **163**, pp. 198–203.
- Jawetz, Melnick *et al.*, (2012). *Mikrobiologi Kedokteran*, Alih Bahasa Aryandhito Widhi Nugoho *et al.*, editor edisi Bahasa Indonesia Adisti Adityaputri Edisi 25, EGC, Jakarta.
- Karbeka, M., Koly, L, V, F., & Tellu, M, N. 2020. Karakterisasi Sifat Kemagnetan Pasir Besi Pantai Puntaru Kabupaten Alor-Ntt. *Latanida Jurnal*. **8(2)**, 108 – 116.
- Kooti, M., Kharazi, P., Motamedi, H., 2014. Preparation characterization and antibacterial activity of CoFe₂O₄/polyaniline/Ag nanocomposite. *J. Taiwan Inst. Chem. Eng.* **45**.

- Kriswarini, R., Anggraini, D. dan Djameludin, A. 2010. Validasi Metoda XRF (*X-Ray Fluorescence*) Secara Tunggal dan Simultan Untuk Analisis Unsur Mg, Mn dan Fe Dalam Paduan Aluminium. *Seminar Nasional VI SDM Teknologi Nuklir*. ISSN 1978-0176, 273-278.
- Lasheen, T.A., 2008, “Soda Ash Roasting of Titania Slag Product from Rosetta Ilmenite”, *Hydrometallurgy* **93**, pp. 124-128.
- Li, C., Bin L., Hao S., Jun-qiang S., Xiao-qing W., 2008. Preparation of Porous Rutile Titania from Ilmenite by Mechanical Activation and Subsequent Sulfuric Acid Leaching. *Microporous and Mesoporous Materials*. **115**: 293-300.
- Li, C., Bin L., Hao S., Jun-qiang S., Xiao-qing W., 2008. Preparation of Porous Rutile Titania from Ilmenite by Mechanical Activation and Subsequent Sulfuric Acid Leaching. *Microporous and Mesoporous Materials*. **115**: 293-300.
- Mackey, T.S., 1994, “Upgrading Ilmenite into a high-grade Synthetic Rutile” *Journal of Metals*, April, 59–64.
- Maria, C. P. 2006. Instrumentasi Kimia I. STTN-BATAN, Yogyakarta
- Middlemas, S., Z. Z. Feng., Peng. F., 2013. A New Method for Production Titanium Dioxide Pigment. *Hydrometallurgy*. **131-132**: 107-113.
- Monshi, A., Forouhu, M. R and Monshi, M. R. 2012. Modified Scherrer Equation to Estimate more Accurately Nano-Crystallitesize using XRD. *World Journal of Nano Science and Engineering*. **2**, 154–160
- Mostafa, Nasser. Y., M. H. H. Mahmoud., Z. K. Heiba., 2013. Hydrolysis of $TiOCl_2$ Leached and Purified From Low Grade Ilmenite Mineral. *Hydrometallurgy*. **139**: 88-94.
- Nayl, A.A. and H.F. Aly, 2009, “Acid Leaching of Ilmenite Decomposed by KOH”, *Hydrometallurgy* **97**, pp. 86–93
- Nguyen, T.H. and M.S. Lee, 2018, “A review on the recovery of titanium dioxide from ilmenite ores by direct leaching technologies”, *Miner. Process. Extr. Metall. Rev.* **40** (4), pp. 231–247.
- Nugraha, P. A., S. P. Sari, W. N. Hidayati, C. R. Dewi, and D. Y. Kusuma, 2016, “The Origin and Composition of Iron Sand Deposit in the Southern Coast of Yogyakarta,” in *AIP Conference Proceedings*, vol. 2008, pp. 1–5.
- Nuryono, Rosiati, N.M., Rettob, A.L., Suyanta dan Arryanto, Y. (2019). Coating of 2-Aminobenzimidazole and 1-(oTolyl)biguanide Functionalized Silicas on Iron Sand Magnetic Material for Sorption of $[AuCl_4]^-$ *Indo. J. Chem*, **19(2)**: 395-404.
- Perez, S.M. and S. Sharadqah, 2017, “Recovery of TiO_2 from Titaniferous Sand of Esmeraldas-Ecuador, using Ion Exchange Resins”, *Journal of Natural Sciences Research* **7** (6), pp. 80-92.
- Rajakaruna, T.P.B., C.P. Udawatte, R. Chandrajith, and R.M.G. Rajapakse, 2020, “Nonhazardous Process for Extracting Pure Titanium Dioxide Nanorods from Geogenic Ilmenite. *ACS Omega* **5** (26), pp. 16176-16182.
- Ratnasari dan Dina. 2009. *X-Ray Diffraction (XRD)*. UIN Press: Surabaya
- Rochani, S., Pramusanto, Sariman, and R. I. Anugrah, 2008, “The Current Status of Iron Minerals in Indonesia”, *Indonesian Mining Journal* **11** (11), pp. 1 – 17.
- Setiawati, L. D., Tito, P. R., Dwi W. N., Nofrizal, Radium I., Suryandaru, Yuswono, Siswanto, Nurul T. R., 2013. Ekstraksi Titanium Dioksida (TiO_2) Dari Pasir Besi dengan Metode Hidrometalurgi. Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung.
- Simpraditpan, A., Wirunmongkol, T., Pavasupree, S., Pecharapa, W., 2013., Simple Hydrothermal Preparation of Nanofibers From a Natural Ilmenite Mineral. *Ceramics International*. **39**: 2497-2502.
- Scott, R.P.W., 2013, *Silica Gel and Bonded Phases*, Willey and Sons Ltd., Chichester, **2-14**: 23-25, 43-54.

- Skoog, D. A., Donald M. W., James H., Stanley R. and Crouch. 2010. *Fundamentals of Analytical Chemistry*. Brooks Cole. (London)
- Subagja, R., A. Royani, A. Suharyanto, L. Andriyah, dan N. C. Natasha, 2014, “Pengaruh Temperatur Dan Waktu Kalsinasi Terhadap Perubahan Fasa TiO₂”, *Majalah Metalurgi*, V 29.3.2014, ISSN 0126-3188/ 245-254. Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI Gedung 470, Kawasan Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan.
- Tampubolon, A., 2013, “The Indonesian Titanium Deposit Types and Their Resources: The Aspects for Titanium Commodity Development”, *Buletin Sumberdaya Geologi* 8 (3), pp. 100-109.
- Taufiq, A., Ricson, P., Hutagaol dan Pramono, U. 2011. Metode Alternatif Analisis Sulfur Dalam Solar Dengan Alat Icp-Oes Optima 5300 Perkin Elmer. *Jurnal Sains Natural Universitas Nusa Bangsa*. **1(1)**: 25 – 31.
- Togibasa, O., S. Bijaksana, and G.C. Novala, 2018, “Magnetic Properties of Iron Sand from the Tor River Estuary, Sarmi, Papua”, *Geosciences* 8 (4), pp. 113-119.
- Utomo, A. T., Haghghi E. B., Zavareha, A. I. T., Ghanbarpourgeravi, M., Pothc, H., Khodabandehb, R., Palmb, B. & Pacek, A. W. 2014. The Effect of Nanoparticles On Laminar Heat Transfer In a Horizontal Tube. *International Journal of Heat and Mass Transfer*. **69(3)**, 77 – 91.
- Van Dyk, J.P., N.M. Vegter, C.P. Visser, C.P., T. de Lange, T., J.D. Winter, E.A. Walpole, and J. Nell, 2004, “Beneficiation of titania slag by oxidation and reduction treatment”. US Patent. No. 6,803, 024 B1.
- Wahyuningsih, S., A.H. Ramelan, E. Pramono, and A. Djatisulistya, 2014, “Titanium Dioxide Production by Hydrochloric Acid Leaching of Roasting Ilmenite Sand”, *J. Sci. Res. Publ.* **4** (11), pp. 1-7.
- Wan, Y. J., Liu, X. J., Zhao, L. C., Zhou, A. M., & Liu, X. (2012^b). The inhibitory effect α -amylase and antibiotic activity from pumpkin polysaccharide. *Food Science and Technology*, **37**: 44-47.
- Wang, Y-m, Z-f. Yuan, Z-C. Guo, Q-q. Tan, Z-y. Li, and J. W-z. Jiang, 2008, “Reduction mechanism of natural ilmenite with graphite,” *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* **18**, pp. 962 – 968.
- Wu, F., X. Li, Z. Wang, C. Xu, H. He, A. Qi, X. Yin, and H. Guo, 2013, “Preparation of high-value TiO₂ nanowires by leaching of hydrolyzed titania residue from natural ilmenite”, *Hydrometallurgy* **140**, pp. 82-88.
- Yodha, A. W. and Masriyanti. 2011. Inductively Coupled Plasma (ICP). *Chemistry Article and Design Graphics*. **3**, 934.
- Yu, S dan Jiayong C., 1989. Stripping of Fe (III) Extracted by Di-2-ethylhexyl Phosphoric Acid from Sulfate Solutions with Sulfuric Acid. *Hydrometallurgy*. **22**: 267-272.
- Yulianto, A., 2006, “Kajian Sifat Magnetik Pasir Besi dan Optimalisasi Pengolahan Menjadi Magnet Ferit”, Thesis. Disertasi Program Doktor Institut Teknologi Bandung.
- Yumin Liu, Tao Qi, Jinglong Chu, Qijie Tong, Yi Zhang, 2006. Dekomposisi ilmenite oleh larutan KOH pekat di bawah tekanan atmosfer. *Int. J. Miner. Proses*. **81**: 79-84.
- Zhang, G., and O. Ostrovski, 2001, “Reduction of Ilmenite Concentrates by Methane Containing Gas, Part II: Effects of Preoxidation and Sintering”, *Canadian Metallurgical Quarterly* **40**, pp. 489-497.
- Zhang, Z., J. Li, X. Li, H. Huang, L. Zhou, and T. Xiong, 2012, “High efficiency iron removal from quartz sand using phosphoric acid”, *International Journal of Mineral Processing* **114–117**, pp. 30–34.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Surat Tugas Penelitian



KEMENTERIAN PENDIDIKAN DAN KEBUDAYAAN
UNIVERSITAS SAM RATULANGI
LEMBAGA PENELITIAN DAN PENGABDIAN KEPADA MASYARAKAT

Alamat: Kampus UNSRAT Manado Telp. (0431) 827560, Fax (0431) 827560
Email: lppm@unsrat.ac.id | Website: <http://lppm.unsrat.ac.id>

SURAT TUGAS

Nomor: 1075/UN12.13/LT/2021

Ketua Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat Universitas Sam Ratulangi Manado, dengan ini menugaskan kepada:

KETUA

Nama Lengkap : HENRY FONDA ARITONANG
NIP : 197112072000031001
Jabatan : Lektor Kepala
Program Studi : KIMIA
Fakultas : MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

ANGGOTA

Nama Lengkap : GERALD HENDRIK TAMUNTUAN
NIP : 197105062000031001
Jabatan : Lektor Kepala
Program Studi : FISIKA
Fakultas : MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

Nama Lengkap : AUDY DENNY WUNTU
NIP : 196912211994021001
Jabatan : Lektor Kepala
Program Studi : KIMIA
Fakultas : MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

Untuk Melaksanakan Kegiatan Penelitian SKIM: RISET TERAPAN UNGGULAN UNSRAT yang di danai oleh dana **PNBP BLU Unsrat** Tahun 2021 dengan judul: **"PEMISAHAN TIO₂ DARI PASIR BESI KABUPATEN BOLAANG MONGONDOW DAN UJI AKTIVITASNYA SEBAGAI ANTIBAKTERI"**.
Demikian surat tugas ini dibuat untuk digunakan sebagaimana mestinya.

Manado, 29 Maret 2021
Ketua Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat



Prof. Dr. Ir. Charles L. Kaunang, MS
NIP. 195910181986031002

I.		Berangkat dari : Manado, Pada Tanggal : Ke : Ketua Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat  Prof. Dr. Ir. Charles L. Kaunang, MS NIP. 195910181986031002
II.	Tiba di: Pada tanggal: Kepala:	Berangkat dari: Pada tanggal: Kepala:
III.	Tiba di: Pada tanggal: Kepala:	Berangkat dari: Pada tanggal: Kepala:
IV.	Tiba di: Pada tanggal: Kepala:	Berangkat dari: Pada tanggal: Kepala:
V.	Tiba di: Pada tanggal: Kepala:	Berangkat dari: Pada tanggal: Kepala:

Tiba di: VI. Pada tanggal: Kepala:	<p>Telah diperiksa, dengan keterangan bahwa perjalanan tersebut diatas benar dilakukan atas perintahnya Ketua Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat</p>  <p>Prof. Dr. Ir. Charles L. Kaumang, MS NIP. 195910181986031002</p>
--	---

PERHATIAN

Pejabat yang berwenang menerbitkan SKPD, pegawai yang melakukan perjalanan dinas, para pejabat yang mengesahkan tanggal berangkat/tiba serta bendaharawan bertanggung jawab berdasarkan peraturan-peraturan keuangan Negara apabila Negara menderita kerugian akibat kesalahan, kelalaian dan kealpaan, angka 8 lampiran edaran Menteri keuangan tanggal 3 April 1979, No. S.247/MK.03/1979.

Lampiran 2. Foto-Foto Kegiatan Penelitian dan Produk Penelitian



Aktivitas di laboratorium dengan melibatkan mahasiswa S-1



Serbuk pasir besi yang telah ditarik magnet



Proses pembakaran dengan tanur pada suhu 600°C



Padatan hasil pembakaran dengan tanur



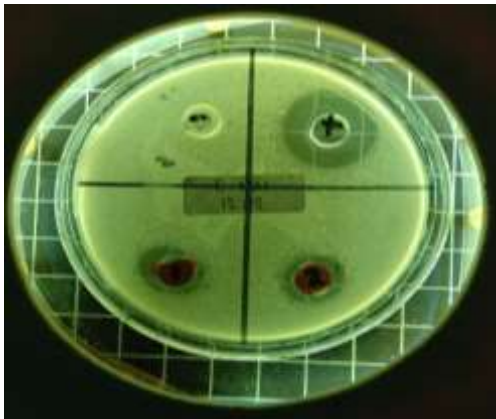
Filtrat dekomposisi



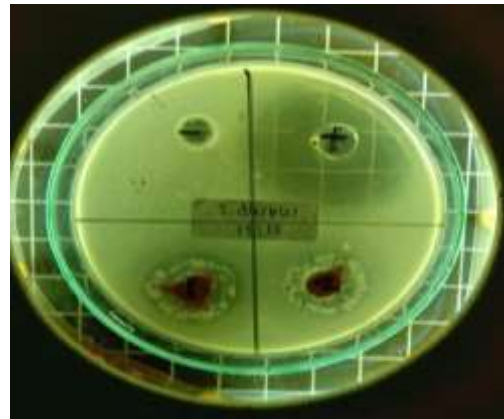
Proses Refluks



Padatan hasil kalsinasi
12:10 (1, 2 dan 3M)



12:10 3M
(*E.Coli*)



12:10 3M
(*S.Aureus*)

Lampiran 3. Bukti Fisik Luaran Penelitian (Paten Sederhana Terdaftar)



**KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA
REPUBLIK INDONESIA
DIREKTORAT JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL**
Jl. HR. Rasuna Said kav 8-9 Kuningan, Jakarta Selatan, 12940
Telepon: (021) 57905611 Faksimili: (021) 57905611
Laman: <http://www.dgip.go.id> Surel: permohonan.paten@dgip.go.id

Nomor : HKI.3-KI.05.01.02.S00202108933 28 Oktober 2021
Sifat : Biasa
Lampiran : 1 (satu) Berkas
Hal : Pemberitahuan Persyaratan Formalitas Telah Dipenuhi

Yth. Universitas Sam Ratulangi

Jl. Kampus Unsrat, Manado

Dengan ini diberitahukan bahwa Permohonan Paten :

Tanggal Pengajuan : 21 Oktober 2021
(21) Nomor Permohonan : S00202108933
(71) Pemohon : Sentra KI Universitas Sam Ratulangi
(54) Judul Inovasi : PEMISAHAN TIO₂ DARI PASIR BESI KABUPATEN BOLAANG MONGONDOW DAN UJI AKTIVITASNYA SEBAGAI ANTIBAKTERI
(30) Data Prioritas :
(74) Konsultan HKI :
(22) Tanggal Penerimaan : 21 Oktober 2021

Telah melewati tahap pemeriksaan formalitas dan semua persyaratan formalitas telah dipenuhi. Untuk itu akan dilakukan :

1. Pengumuman, segera 7 (tujuh) hari setelah 18 (delapan belas) bulan sejak tanggal penerimaan atau tanggal prioritas dalam hal Paten Biasa (Pasal 46 UU No 13 Tahun 2016); atau segera 7 (tujuh) hari setelah 3 bulan sejak tanggal penerimaan atau tanggal prioritas, dalam hal Paten Sederhana (Pasal 123 UU No 13 Tahun 2016).
2. Pemeriksaan Substantif segera setelah masa publikasi selesai dan pemohon telah mengajukan permohonan pemeriksaan substantif (Pasal 51 UU No 13 Tahun 2016).

Selain itu hal-hal yang perlu diperhatikan adalah sebagai berikut :

1. Permohonan pemeriksaan substantif diajukan selambat-lambatnya 36 (tiga puluh enam) bulan sejak tanggal penerimaan untuk permohonan paten biasa dan selambat-lambatnya 6 (enam) bulan sejak tanggal penerimaan untuk permohonan paten sederhana, dengan disertai biaya sesuai yang tercantum pada PP No. 28 Tahun 2019
2. Tidak diajukan permohonan pemeriksaan substantif dalam jangka waktu yang ditentukan tersebut mengakibatkan permohonan paten ini dianggap ditarik kembali
3. Harap melakukan pembayaran kelebihan 0 buah klaim (@75.000) sebesar Rp. 0
4. Pembayaran tambahan biaya akibat kelebihan jumlah klaim, dilakukan selambat-lambatnya pada saat pengajuan pemeriksaan substantif. Apabila tambahan biaya tidak dibayarkan dalam jangka waktu sebagaimana dimaksud maka kelebihan jumlah klaim dianggap ditarik kembali (Pasal 18 ayat 4 Permenkumham no 38 tahun 2018)
5. Jumlah halaman deskripsi yang terbayar halaman (Bila halaman deskripsi lebih dari 30)

Catatan :



a.n Direktur Paten, Desain Tata Letak
Sirkuit Terpadu dan Rahasia Dagang
Kasubdit Permohonan dan Publikasi

JUNARLIS, S.H., M.Si.
NIP. 196807011991031001

Tembusan:
Direktur Jenderal Kekayaan Intelektual.



KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA
REPUBLIK INDONESIA
DIREKTORAT JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL
Jl. HR. Rasuna Said kav 8-9 Kuningan, Jakarta Selatan, 12940
Telepon: (021) 57905611 Faksimili: (021) 57905611
Laman: <http://www.dgip.go.id> Surel: permohonan.paten@dgip.go.id

BIBLIOGRAFI

- (54) Judul Invensi : PEMISAHAN TIO₂ DARI PASIR BESI KABUPATEN BOLAANG MONGONDOW DAN UJI AKTIVITASNYA SEBAGAI ANTIBAKTERI
- (51) Klarifikasi (IPC) :
- (21) Nomor Permohonan : 500202108933
- (22) Tanggal Penerimaan : 21 Oktober 2021
- (71) Yang mengajukan Permohonan Paten : Sentra KI Universitas Sam Ratulangi
- (72) Inventor : 1. Henry F. Arlonang
2. Gerald H. Tamuntuan
3. Audy D. Wuntu
- (74) Konsultan HKI :
- (30) Data Prioritas :
Agar Diumumkan setelah :
tanggal
No. Gambar yang menyertai :
abstrak pada saat
pengumuman

Magnetic Nanocomposite-Chitosan Based on North Sulawesi Iron Sand as Heavy Metal Adsorbent and Synthetic Dyes in Textile Industry Waste

Irene D.M Pauner¹, Geby P. Senolinggi¹, Fathur A. Dullah¹, Gilby L.D Laseduw¹ and Henry F. Aritonang^{1, a)}

¹*Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Sam Ratulangi University, Manado, Indonesia.*

a) Corresponding author: henryaritonang@unsrat.ac.id

Abstract. Incorporation of chitosan-magnetic nanocomposite based on iron sand from North Sulawesi combined with chitosan as an adsorbent was recently carried out to improve the adsorbent ability. This study aims to synthesis of magnetic nanoparticles from iron sands of North Sulawesi and combined with chitosan in a chitosan-magnetic nanocomposite. Furthermore, analyzed the ability of the nanocomposites as heavy metal adsorbents and synthetic dyes in textile industry waste, especially batik. The metal and oxide content in iron sand was analyzed by XRF, magnetic-chitosan nanocomposite was analyzed by ICP-OES and magnetic-chitosan nanocomposite was analyzed by XRF after being tested as an adsorbent. The results showed that Fe metal and Fe₂O₃ oxide were the most abundant in iron sand with 87.25% and 84.43%, respectively. Fe content also remained dominant in the magnetic-chitosan nanocomposite with a concentration of 27000 mg/kg. The nanocomposite was able to adsorb the metal molybdenum (Mo) contained in the batik industrial waste with a concentration of 4.7% along with the waste dye. The results of this study indicate that the chitosan-magnetic nanocomposite can be used as an adsorbent for heavy metals and synthetic dyes, especially in batik industry waste and other industrial wastes.

INTRODUCTION

Signs of industrial development are the various industries that produce various human needs, like the paper industry, textile industry, and leather tanning. Because the industry increases, more and more waste is generated. Many industrial wastes contain heavy metals. Some heavy metals which will pollute the environment and are toxic are lead [Pb], chromium [Cr], iron [Fe], cadmium [Cd], nickel [Ni] [1]. If not managed properly, waste can become an environmental problem, especially heavy metal waste and synthetic dyes. Heavy metal ions, such as Pb²⁺, Cd²⁺, Hg²⁺ are very toxic and can cause cancer. The higher the level of industrialization, the greater the negative impact on the environment. The textile industry contributes to the production of synthetic dyes and heavy metals contained in the waste generated [2]. To reduce or even eliminate the presence of toxic waste, adsorbents can be used. Due to the advantages of being able to adsorb organic and inorganic waste, adsorption technology has been widely used in industry.

Since the discovery that adsorption technology is one of the most convenient ways to treat wastewater, researchers have been committed to developing inexpensive, effective, environmentally friendly and reproducible adsorbents. An interesting adsorbent, because it is obtained from natural ingredients and abundant raw materials in Indonesia, is chitosan. It is reported that chitosan can be used as an adsorbent because chitosan is a natural polysaccharide produced by deacetylation of chitin. Chitin is the second most abundant biopolymer in nature, extracted from cellulose from insects and marine crustaceans. Chitin makes chitosan has great potential as an adsorbent [3]. However, the adsorption capacity of pure chitosan is still very low because it is difficult to separate it from the solution after the adsorption process during the adsorption process [4], so it is necessary to modify chitosan. Chitosan modification can be done by adding other ingredients to produce complexes and increase the adsorption capacity of the complexes.

Iron sands can contain magnetite (Fe_3O_4), hematite ($\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$), maghemite ($\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$) and other magnetic minerals [5]. Magnetic minerals contained in iron sand are very useful, but not all minerals contained can be used optimally [6]. The iron sand ore currently being developed and used is nanoparticle-sized iron sand. And moves in the presence of an external magnetic field. Fe_3O_4 is a type of iron oxide which due to its biocompatibility and biodegradability, is often used in biomedical applications and has a surface that can be easily modified. One of the surface modifications of Fe_3O_4 nanoparticles is to coat the nanoparticles with polymer. According to [7], polyethylene glycol (PEG), dextran, polyvinylamine (PEI), phospholipids, and chitosan are some of the polymers commonly used to coat Fe_3O_4 nanoparticles.

The iron sand used in this study came from beach sand in the North Sulawesi region, East Bolaang Mongondow Regency. North Sulawesi is an area rich in mineral resources, especially iron sands, which are widely distributed in the western and eastern coastal areas of North Sulawesi. In some places, iron sand has been widely used as a raw material for the steel industry, making concrete [8], magnetic ceramics, and the basic material for the permanent magnet industry [9]. However, until now, the use of iron sand from North Sulawesi is still very rare. Based on this, the potential use of North Sulawesi iron sand as an adsorbent combined with chitosan to form magnetic chitosan nanocomposites was studied to adsorb heavy metals contained in industrial textile waste, especially in the batik industry.

METHODOLOGY

General

Material used in study, aquadest, iron sand was obtained from the Lolak Beach, North Sulawesi, NaOH 500g (Merck), Glutaraldehyde 100 mL (Merck), Glacial acetic acid (Merck) 100 mL, Chitosan 50 g (Merck) and textile industry waste (batik industry).

Iron Sand Preparation

The sample used in this study was iron sand taken from Bolaang Mongondow Timur district, precisely on Lolak beach. Preparation of iron sand begins with pounding iron sand to make it smoother, then filtered using a 200 mesh sieve. The iron sand that has been sifted is then pulled using a permanent magnet.

Preparation of Chitosan Solution

A total of 0.35 grams of chitosan was dissolved in 20 mL of 2% acetic acid and stirred with the help of a stirrer for 2 hours. Into this chitosan solution, 5 mL of glutaraldehyde was added and stirred again for 2 hours.

Magnetic-chitosan Preparation

Magnetic preparation of chitosan was carried out according to the procedure reported [10] with some modifications. A total of 0.5 grams of magnetic (iron sand) was put into the solution and stirred again for 2 hours. 3M NaOH solution was dropped into the mixture until a precipitate was formed and the precipitate formed was filtered and washed several times until the pH of the solution becomes neutral. Magnetic-chitosan was dried in an oven overnight at 40 °C.

Test as Adsorbent

A total of 0.1 grams of magnetic-chitosan was put into an Erlenmeyer flask, which already contained 10 mL of batik textile industry waste solution. The solution was stirred at 250 rpm for 2 hours. After the adsorption process (stirring) was completed, the magnetic-chitosan was separated from the solution using a permanent magnet.

Characterization

The characterization will be carried out on samples of iron sand and magnetic-chitosan products using X-ray Fluorescence (XRF) and Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry (ICP-OES).

RESULTS AND DISCUSSION

Iron Sand Preparation

The sand used to obtain iron sand comes from Lolak Beach, East Bolaang Mongondow Regency, North Sulawesi Province. The sand obtained was first washed and dried in the sun and the dry sand was used in this study, as shown in Figure 1.



FIGURE 1. The iron sand of Lolak Beach, East Bolaang Mongondow Regency.

The dried iron sand was sifted through a 200 mesh sieve. The sieving process is shown in Figure 2.



FIGURE 2. The iron sand sieving process uses a 200 mesh sieve.

The sifted iron sand was characterized by X-ray Fluorescence (XRF) to determine the content of elements and oxides contained in it, as shown in Figures 3 and 4.

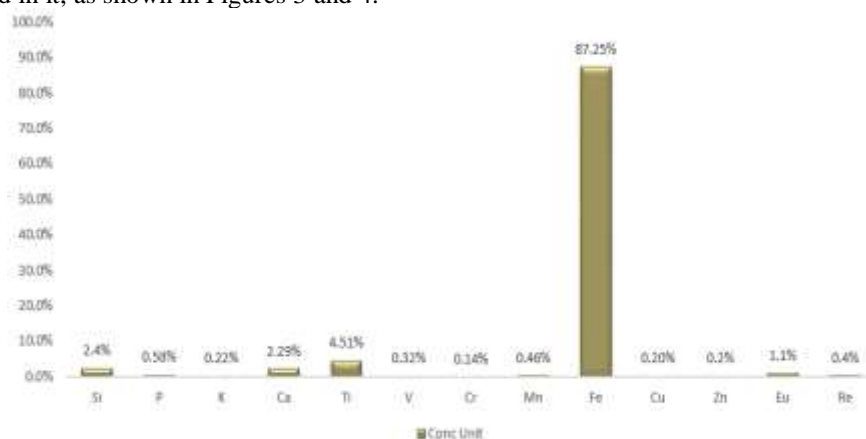


FIGURE 3. XRF data for the concentration of iron sand on Lolak beach, East Bolaang Mongondow Regency, North Sulawesi.

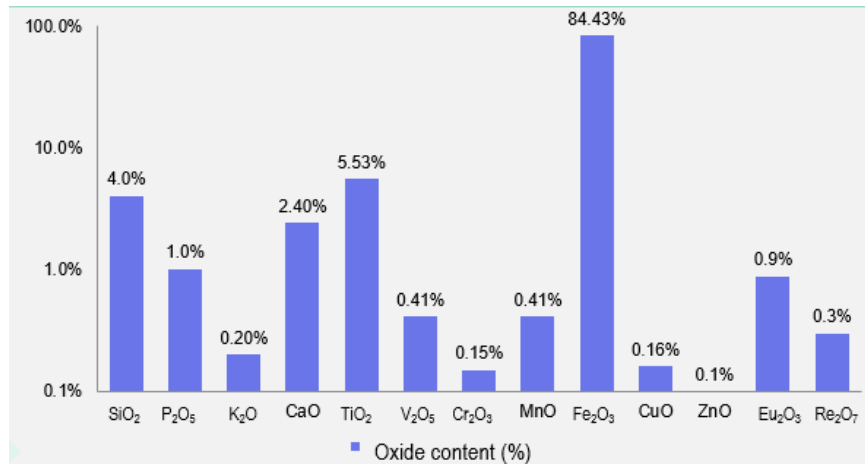


FIGURE 4. XRF data for the concentration of iron oxide content in Lolak beach, Bolaang Mongondow Timur Regency, North Sulawesi

Figures 3 and 4 above show that the most abundant element in the iron sand sample from Lolak Beach, Bolaang Mongondow Timur Regency is iron (Fe) reaching 87.25 %, followed by Titanium (Ti) at 4.51%. Furthermore, the highest oxide content in the iron sand sample was also dominated by iron oxide (Fe₂O₃) as much as 84.43% and also Titanium oxide (TiO₂) as much as 5.53%.

Magnetic-chitosan Preparation

The sifted iron sand was dissolved in a chitosan solution and followed by the addition of NaOH solution to produce magnetic-chitosan. The resulting magnetic-chitosan product is dark brown in color and is shown in Figure 5.



FIGURE 5. Magnetic-chitosan products.

Furthermore, the magnetic-chitosan produced was characterized by Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry (ICP-OES) to see the content of elements (5 elements) in it. The content of these elements is presented in Figure 6.

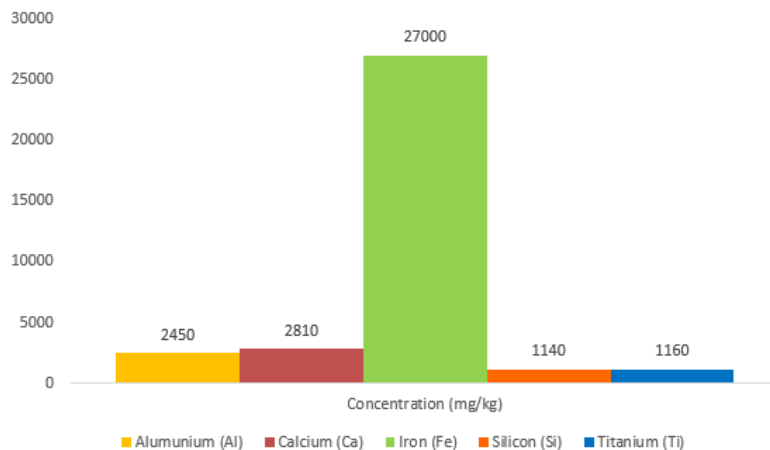


FIGURE 6. The content of elements contained in magnetic-chitosan based on ICP-OES analysis.

The picture above shows that Fe is the most dominant element in the magnetic-chitosan sample (27000 mg/kg) and the lowest is Si (1140 mg/kg). Based on the data from Figure 3 and Figure 4, the iron element contained in the magnetic-chitosan sample is an iron oxide compound of Fe_2O_3 , which means that this iron oxide is dominant in the magnetic-chitosan sample.

Test as Adsorbent

The magnetic-chitosan that has been produced was then tested as an adsorbent for batik industrial waste. The process is carried out by immersing the magnetic-chitosan into a sample of batik textile industry waste for 2 hours by stirring at a speed of 250 rpm and then filtering. The results are shown in Figure 7.

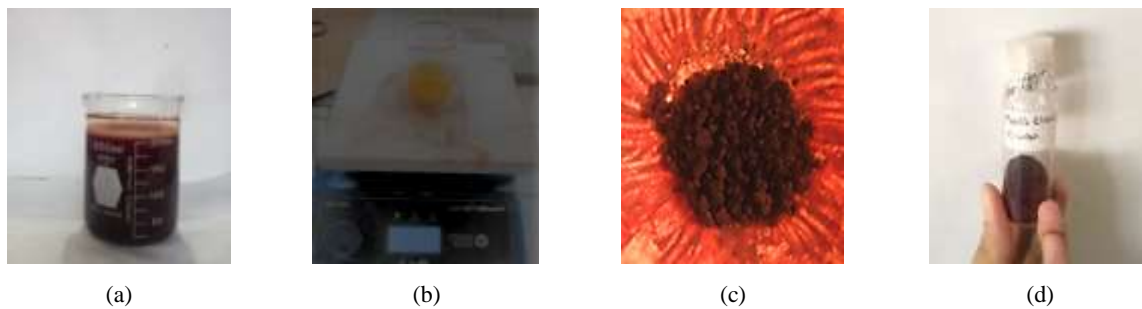


FIGURE 7. (a) Magnetic-chitosan immersion process in batik industrial waste samples, (b) Stirring process of magnetic-chitosan products in batik industrial waste samples for 2 hours, (c) Magnetic-chitosan products after immersion in waste samples, (d) Magnetic product-chitosan after grinding.

The image above shows that the magnetic-chitosan product changes color from dark brown (Figure 5, before soaking in batik waste) to reddish brown (light brown, Figure 7c). This information shows that magnetic-chitosan can adsorb dyes from batik waste. The magnetic-chitosan product that has been tested as an adsorbent is further characterized by XRF. The characterization results are presented in Figure 8 and Figure 9.

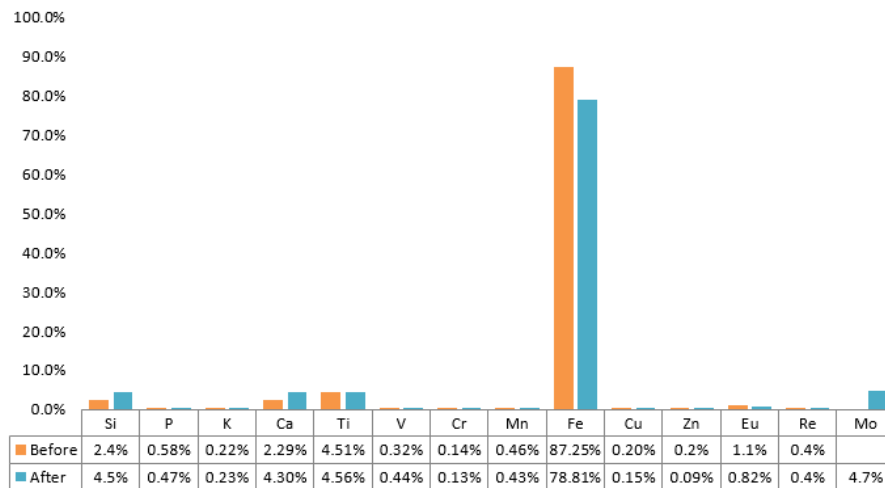


FIGURE 8. Comparison of the content of elements contained in iron sand that has been attracted by magnets and magnetic-chitosan products after testing as an adsorbent.

In Figure 8 above, it can be seen that after testing as an adsorbent for batik industrial waste there is a new element that is read, namely the Mo element with a content of 4.7% and for the Fe element after testing the batik waste has decreased from 87.25% to 78.8%. And for the ratio of the oxides can be seen in Figure 9 below.

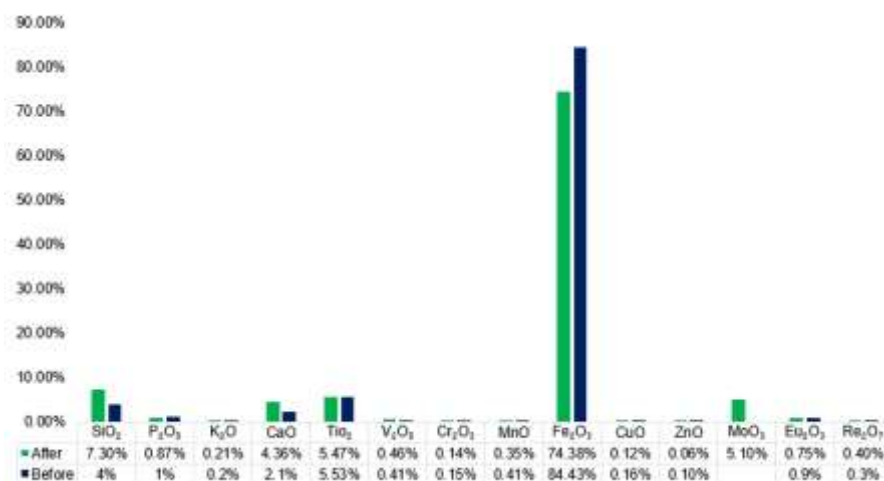


FIGURE 9. Comparison of the oxide content contained in the iron sand that has been attracted by magnets and the magnetic-chitosan product after testing as an adsorbent.

CONCLUSION

From the research data, it can be seen that the most abundant element in the iron sand samples from Lolak Beach, East Bolaang Mongondow Regency is iron (Fe) reaching 87.25 %, followed by Titanium (Ti) as much as 4.51%. Furthermore, the highest oxide content in the iron sand sample was also dominated by iron oxide (Fe₂O₃) as much as 84.43% and also Titanium oxide (TiO₂) as much as 5.53%. The chitosan-magnetic nanocomposite product was dark brown in color and after being tested as an adsorbent for batik industrial waste, the chitosan-magnetic nanocomposite which was initially dark brown in color, changed to reddish brown. This proves that chitosan-magnetic nanocomposite based on iron sand in North Sulawesi can be used as an adsorbent for heavy metals and synthetic dyes from textile industry waste and has the potential to be an alternative method in processing textile industrial waste, especially batik.

Acknowledgments

The authors would like to give thanks and acknowledgement to Direktorat General of Research, Technology and Higher Education of Indonesia for financial support of this research through research grant of Program Kreativitas Mahasiswa Penelitian Eksakta 2021. We also thank to Chemistry Department and Faculty of Mathematics and Natural Science, Sam Ratulangi University.

References

1. L. Harimu, L. Rudi, A. Haetami, and G.A Santoso, *Indo. J. Chem.* **6**, 81-89 (2019).
2. A. Asati, M. Pichhode, and K. Nikhil, *IJAIEEM*. **5**, 56-55 (2016).
3. M.B. Kasiri, *The Impact and Prospects of Green Chemistry for Textile Technology*, 417-469 (2018).
4. A.S.W. Ayu, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. **796**, 012043 (2020).
5. M. Rianna, T. Sembiring, M. Situmorang, C. Kurniawan, E.A. Setiadi, A.P. Tetuko, S. Simbolon, M. Ginting, and P. Sebayang, *J. Nat.* **18**, 97-100 (2018).
6. S. Sunaryo, and I. Sugihartono, *Makara J. Sci.* **14**, 106-110 (2010).
7. H. Arami, Z. Stephen, O. Veiseh, and M. Zhang, *Chitosan for Biomaterials I*. **243**, 163-184 (2011).
8. G. Vasudevan, *IICBEE Conf. Proc.* **5**, 10-13 (2016).
9. T. Russianto, M.W. Wildan, K. Abraha, and K. Kusomo, *Jurnal Teknologi*, **5**, 62-69 (2012).
10. I.A. Udeotok, L.D. Wilson, J.V. Headley, *ACS Appl. Mater. Interfaces*. **8**, 33197-33209 (2016).