

LAPORAN AKHIR TAHUN KE DUA
PENELITIAN UNGGULAN PERGURUAN TINGGI



SINTESIS DAN KARAKTERISASI Fe_3O_4 TERIMMOBILISASI SILIKA
MESOPORI BERBASIS *GREEN CHEMISTRY* SEBAGAI KATALIS
HETEROGEN UNTUK PENGURAIAN *AZO-DYE*

TIM PENGUSUL

Ketua: Dra. Syamsi Aini, M.Si, Ph.D NIDN: 00270765095

Anggota: 1. Dr. Fajriah Azra, S.Pd, M.Si NIDN: 00-08027606

Anggota: 2. Umar Kalmar Nizar, S.Si, M.Si, Ph.D NID:00-11037703

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI PADANG
DESEMBER 2018

HALAMAN PENGESAHAN

Judul : Sintesis dan karakterisasi Fe₃O₄ Terimmobilisasi Silika Mesopori Berbasis Green Chemistry sebagai Katalis Heterogen untuk Penguraian Azo-Dye.

Peneliti/Pelaksana

Nama Lengkap : Dra. Syamsi Aini, M.Si, Ph.D
Perguruan Tinggi : Universitas Negeri Padang
NIDN : 0027076509
Jabatan Fungsional : Lektor
Unit : FMIPA - Jurusan Kimia
Nomor HP : 081275739982
Alamat surel (e-mail) : syamsiaini@ymail.com

Anggota Peneliti

NO	Nama	NIDN	Jabatan
1	Dr. Fajriah Azra, S.Pd, M.Si	0008027606	Anggota Pengusul 1
2	Umar Kalmar Nizar, S.Si, M.Si, Ph.D	0011037703	Anggota Pengusul 2

Anggota Peneliti Mahasiswa

NO	Nama	NIM/TM	Prodi
1	Nadia Rahma	15036025/2015	Kimia
2	AGUNG CAHYADI	15036057/2015	Kimia

Institusi Mitra

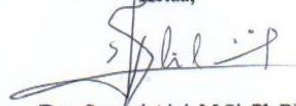
Nama Institusi Mitra : -
Alamat : -
Penanggung Jawab : -
Tahun Pelaksanaan : Tahun ke 2 dari rencana 3 tahun
Biaya Tahun Berjalan : Rp 45.000.000,00
Biaya Keseluruhan : Rp 45.000.000,00

Mengetahui,
Dekan FMIPA UNP

(Prof. Dr. H. Lufri, M.S)
NIP/NIK 196105101087031020

Padang, 11 Oktober 2018

Ketua,


(Dra. Syamsi Aini, M.Si, Ph.D)
NIP/NIK 196507271992032010

Menyetujui,
Ketua LP2M UNP

(Prof. Dr. Rusdinal, M.Pd)
NIP/NIK NIP.196303201988031002

RINGKASAN

Silika mesopori dengan diameter rata-rata 4,29 nm dengan morfologi tidak beraturan sudah berhasil disintesis pada penelitian tahun pertama. Namun untuk dapat dijadikan tempat mengimmobilisasi nanopartikel magnetic (Fe_3O_4) diperlukan bentuk yang sudah seragam. Dengan demikian pada tahun ke dua ini dilanjutkan optimisasi metoda sintesis silika mesopori dengan mengkaji variasi pH dan variasi waktu pembentukan gel (waktu gelasi), waktu pembentukan padatan (waktu kondensasi) silika mesopori.

Hasil kajian variasi pH (pH 1, pH 3, pH 5 dan pH8) campuran surfaktan dengan sodium silikat pada sintesis silika mesopori terhadap keberadaan pori berukuran meso pada silika yang dihasilkan dapat dilihat dari data difraktogram sinar-X sudut kecil, Silika yang disintesis dengan berbagai variasi pH memperlihatkan adanya pola difraktogram yang samapada sudut kecil, menggambarkan pola pori yang sama namun, intensitas tertinggi dihasilkan pada kondisi sintesis dengan pH 5. Hal ini diperkuat dengan hasil pengujian dengan SEM memperlihatkan sampel silika yang disintesis pada pH 5 sudah mulai berbentuk bulatan dan banyak yang berukuran kecil. Optimisasi metoda sintesis hidrotermal dengan kajian waktu gelasi-waktu kondensasi 6 jam menghasilkan silika dengan morfologi lebih banyak berbentuk bulatan hexagone dibanding bentuk tabung atau tidak beraturan, dengan pola difraktogram sinar-X memperlihatkan eksistensi silika mesopori, diperkuat dengan hasil pengukuran dengan BET memperlihatkan *surface area* yang tinggi yaitu $408.67 \text{ m}^2/\text{g}$ dengan ukuran pori 4.17 nm dalam rang mesopori (2-50 nm).

Tahap ke dua tahun ini dilakukan pengambilan dan pemurnian sampel pasir besi: sintesis nanopartikel magnetic dari pasir besi; pelapisan nanopartikel magnet dengan silika mesopori; dan impregnasi nanopartikel besi dalam silika mesopori. Hasil pemurnian dan pengujian menggunakan XRF dari pasir besi dari 4 daerah pengambilan (1). Pasir besi Sunua Pariaman, 2). Pasir besi Batang Masam Gadang Pasaman, 3). Pasir besi hasil pengolahan emas di Padang Sibusuak Sijunjuang, 4). Batuan besi Air Batumbuak Solok) memperlihatkan Pasir besi hasil pengolahan emas di Padang sibusuak Sijunjuang mempunyai persentase biji magnet terbanyak sekitar 69,18% dengan kadar unsur Fe tertinggi 76.365%. Persentase ini didukung oleh data pelarutan pasir besi Sijunjuang dengan HCl akan menghasilkan larutan FeCl_3 , FeCl_2 dan oksida pengotor lainnya sebanyak 82% dengan zat tidak larut $\text{Mg}(\text{OH})_2$ dan SiO_2 sebanyak 18%. Nanopartikel magnet (Fe_3O_4) dengan pengotor oksida FeO dan Fe_2O_3 telah berhasil disintesis dengan berbagai variasi konsentrasi larutan FeCl_3 , FeCl_2 . Ukuran partikel magnetic yang dihasilkan semakin kecil dengan semakin kecilnya konsentrasi larutan FeCl_3 , FeCl_2 yang digunakan. Ukuran dan morfologi nanopartikel magnetic yang dihasilkan tidak dapat disimpan dalam heksana karena hasil pengujian dengan TEM menunjukkan adanya aglomerat nanopartikel magnet selama perjalanan dari Padang sampai pengukuran di UGM. Hingga mengimmobilisasi nanopartikel magnetic dengan silika mesopori telah dilakukan dengan dua cara, yaitu a) pelapisan permukaan nanopartikel magnetic dengan silika mesopori dan mengimmobilisasikan ke dalam silika mesopori dengan cara impregnasi. Silika mesopori setelah diimpregnasi dengan nanopartikel magnet memiliki pori berkurang, yang diperlukan untuk lewatnya senyawa organik yang akan dikerjakan. Hasil karakterisasi menggunakan TEM menunjukkan bahwa nanopartikel magnet berukuran 3-10 nm dapat diimpregnasikan ke dalam silika mesopori dengan dua metoda.