



DISERTASI

**SINTESIS NANOPARTIKEL NIKEL HIDROKSIDA
DARI LOGAM NIKEL SECARA ELEKTROKIMIA
MENGUNAKAN TEGANGAN TINGGI**

YANATRA BUDI PRAMANA
NRP. 1412 301 002

PROMOTOR
Prof. Dr. Taslim Ersam

COPROMOTOR
Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si.
Suprpto, Ph.D.

PROGRAM DOKTOR
BIDANG KEAHLIAN KIMIA NON HAYATI
JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016



DISSERTATION

**SYNTHESIS OF NICKEL HYDROXIDE NANOPARTICLES FROM
NICKEL METAL USING ELECTROCHEMICAL METHOD AT HIGH
VOLTAGE**

YANATRA BUDI PRAMANA
NRP. 1412 301 002

PROMOTOR
Prof. Dr. Taslim Ersam

COPROMOTOR
Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si.
Suprpto, Ph.D.

DOCTOR PROGRAM
DEPARTMENT OF CHEMISTRY
FACULTY OF MATHEMATIC AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016

Disertasi disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Doktor (Dr.)

di
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :
YANATRA BUDI PRAMANA
NRP. 1412 301 002

Tanggal Ujian : 13 Februari 2017
Periode Wisuda : Maret 2017

Disetujui oleh:

1. Prof. Dr. Taslim Ersam
NIP. 195206221986032002

Pembimbing I

2. Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan
NIP. 197404281998021001

Pembimbing II

3. Suprpto, S.Si., M.Si., Ph.D.
NIP. 197209191998021002

Pembimbing III

4. Prof. Dr. Buchari, M.Si.
NIP. 19490228197412001

Penguji

5. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.
NIP. 197106161997031002

Penguji

6. Dr. Muji Harsini, M.Si.
NIP. 1964050219892002

Penguji

An. Direktur Program Pascasarjana,
Asisten Direktur Program Pascasarjana

Prof. Dr. Ir. Tri Widjaja, M. Eng.
NIP. 196110211986031001

SINTESIS NANOPARTIKEL NIKEL HIDROKSIDA DARI LOGAM NIKEL SECARA ELEKTROKIMIA MENGGUNAKAN TEGANGAN TINGGI

Nama Mahasiswa : Yanatra Budi Pramana
NRP : 1412 301 002
Promotor : Prof. Dr. Taslim Ersam
Co-Promotor : Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M. Si.
Suprpto, Ph. D.

ABSTRAK

Nanopartikel nikel hidroksida ($\text{Ni}(\text{OH})_2$) telah disintesis secara elektrokimia menggunakan tegangan tinggi. Proses sintesis dilakukan melalui elektrolisis logam nikel dalam larutan aquademin dengan penambahan natrium sitrat pada tegangan tinggi. Pengaruh penambahan natrium sitrat dipelajari pada variasi konsentrasi 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 M. Proses elektrolisis dilakukan pada variasi tegangan 10; 15; 20; 25; 35; 45; 50 dan 55 V. Hasil terbaik diperoleh pada penambahan natrium sitrat 0,3 M dengan tegangan 55 V, hal ini karena nanopartikel nikel hidroksida yang dihasilkan tidak mudah mengalami penggumpalan. Identifikasi hasil yang diperoleh menunjukkan karakteristik dari $\beta\text{-Ni}(\text{OH})_2$. Analisa tersebut dibuktikan dengan adanya gugus O-H, yaitu pada λ_{max} UV-Vis = 387 nm dan puncak serapan FTIR pada daerah 3458-3048 cm^{-1} . Analisa XRD menunjukkan bahwa hasil yang diperoleh adalah $\text{Ni}(\text{OH})_2$. Ukuran nanopartikel dianalisa menggunakan TEM dan diperoleh berkisar antara 20-70 nm dengan morfologi berbentuk bulat. Pengaruh surfaktan CTAB (*Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide*) dan sonikasi pada sintesis $\text{Ni}(\text{OH})_2$ juga telah dipelajari pada penelitian ini. Studi tersebut dilakukan pada konsentrasi natrium sitrat 0,3 M dengan variasi tegangan dari 15; 25; 35; 45 hingga 55 V. Produk sintesis dengan adanya surfaktan diperoleh paling baik pada tegangan 55 V. Puncak serapan gugus O-H dari produk sintesis terjadi pada daerah 2750-3750 cm^{-1} . Difraktogram produk sintesis tanpa dan dengan penambahan surfaktan menunjukkan hasil yang sama. Ukuran nanopartikel diperoleh sekitar 200 nm dengan morfologi bulat. Nanopartikel $\text{Ni}(\text{OH})_2$ yang dihasilkan tanpa adanya surfaktan lebih stabil dan tidak mudah mengalami agglomerasi (penggumpalan).

Kata kunci: nanopartikel nikel hidroksida, elektrokimia, tegangan tinggi, sonikasi.

**SYNTHESIS OF NICKEL HYDROXIDE NANOPARTICLE FROM
NICKEL METAL USING ELECTROCHEMICAL METHOD
AT HIGH VOLTAGE**

Student Name : Yanatra Budi Pramana
NRP : 1412 301 002
Promotor : Prof. Dr. Taslim Ersam
Co-Promotor : Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M. Si.
Suprpto, Ph. D.

ABSTRACT

Nickel hydroxide nanoparticles have been synthesized by electrochemical method at high voltage. The metal of nickel was electrolyzed in demineralized water with addition sodium citrate. The influence of sodium citrate, was studied at various concentration, i.e. 0.1; 0.2; 0.3; 0.4 and 0.5 M. The electrolysis process carried out at 10; 15; 20; 25; 35; 45; 50 and 55 V. The best result obtained with the addition of sodium citrate 0.3 M at 55 V because product nickel hydroxide nanoparticles not easy agglomeration. Identification of the product show characteristic of β -Ni(OH)₂. It was proven by the presence of O-H groups at λ_{\max} UV-Vis = 387 nm and the absorbance peak of FTIR at 3458-3048 cm⁻¹. Futhermore, the XRD result indicates that the nanoparticles obtained is Ni(OH)₂. Nanoparticles size obtained at range 20-70 nm with spherical morphology using TEM. The effect of surfactant, CTAB (*Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide*), was also studied in this research. It was investigated at concentration of sodium citrate 0.3 M and various voltage from 15; 25; 35; 45 to 55 V. The best product can be achieved at 55 V. The peak of O-H groups appeared at 2750-3750 cm⁻¹. Diffractogram of the product with and without surfactant gives the same pattern. The size of nanoparticles was 200 nm with spherical morphology. The nanoparticles was produced without surfactant is more stable and there is no agglomeration.

Keyword: nickel hydroxide nanoparticles, electrochemical, high voltage, and sonication.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Tuhan Yang Maha Esa atas limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga kami dapat menyelesaikan laporan disertasi yang berjudul **“Sintesis Nanopartikel Nikel Hidroksida Dari Logam Nikel Secara Elektrokimia Menggunakan Tegangan Tinggi”** yang disusun untuk memenuhi persyaratan memperoleh gelar doktor dalam bidang kimia.

Dalam penyelesaian laporan disertasi ini penulis banyak mendapatkan bimbingan, arahan dan dukungan dari berbagai pihak. Pada kesempatan ini penulis menyampaikan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Taslim Ersam, Bapak Dr.rer.nat Fredy Kurniawan, M.Si., Bapak Suprpto Ph.D. selaku dosen pembimbing yang telah dengan sabar memberikan arahan dan waktu selama penulisan disertasi tersebut.
2. Bapak Prof. Dr. Buchari. selaku dosen penguji
3. Bapak Prof. Dr. Didik Prasetyoko, MSc. selaku dosen penguji
4. Ibu Dr. Muji Harsini, M.Si. selaku dosen penguji
5. Bapak Prof. Dr. Mardi Santoso. selaku Koordinator Program Studi Pascasarjana Jurusan Kimia FMIPA-ITS.
6. Bapak Prof. Dr. Didik Prasetyoko, MSc. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA-ITS.
7. Ibu Kartika Anoraga Madurani, M.Si. yang telah dengan sabar membantu penulisan disertasi tersebut.
8. Seluruh dosen, staf dan karyawan Program Studi Pascasarjana Jurusan Kimia FMIPA-ITS
9. Semua pihak yang telah membantu dalam penyusunan laporan disertasi ini.

Seluruh proses pengambilan data penelitian yang mendukung disertasi ini dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik dan Instrument Jurusan kimia ITS. Proses analisis data dilakukan di beberapa tempat yaitu Riset Center ITS, Laboratorium kimia (UGM), PT BIN Puspitek Serpong.

Ucapan terima kasih selanjutnya kami sampaikan kepada rekan dan sahabat selama studi di ITS dan seluruh anggota Laboratorium Kimia Analitik dan Instrument ITS atas dukungan dan kebersamaannya khususnya kepada saudara

Emsal Yanuar, Sulistyana, dan Dian Permana yang telah membantu dalam pengambilan data penelitian

Kami sadari bahwa masih banyak kekurangan yang terdapat pada laporan ini, sehingga penulis mengharapkan saran dan masukan yang dapat menunjang kesempurnaan laporan disertasi ini. Akhir kata, semoga laporan ini dapat memberikan manfaat dan ilmu yang berguna bagi kita semua. Amin.

Surabaya, Mei 2016

Penulis

DAFTAR ISI

| | |
|--|-------------------------------------|
| HALAMAN JUDUL | i |
| LEMBAR PENGESAHAN..... | Error! Bookmark not defined. |
| ABSTRAK | iv |
| ABSTRACT | v |
| KATA PENGANTAR | vi |
| DAFTAR ISI | viii |
| DAFTAR GAMBAR | x |
| DAFTAR TABEL | xiv |
| BAB 1 PENDAHULUAN | 1 |
| 1.1 Latar belakang | 1 |
| 1.2 Rumusan Masalah..... | 5 |
| 1.3 Tujuan Penelitian | 6 |
| 1.4 Manfaat Penelitian | 6 |
| BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA..... | 7 |
| 2.1. Nanopartikel nikel | 7 |
| 2.2. Sintesis nanopartikel nikel | 8 |
| 2.2.1. Reduksi kimia | 8 |
| 2.2.2. Reduksi elektrokimia..... | 11 |
| 2.4.Karakterisasi morfologi | 17 |
| 2.4.1. Karakterisasi dengan FTIR (Fourier Transform Infra-Red)..... | 17 |
| 2.4.2. Karakterisasi dengan DTA/TGA (Differential Thermal Analysis/ Thermo Gravimetri Analysis) | 21 |
| 2.4.3. Karakterisasi dengan XRD (X-Ray Diffraction) | 24 |
| 2.4.4. Karakterisasi dengan UV-Visible | 27 |
| BAB 3 METODE PENELITIAN | 31 |
| 3.1. Alat dan bahan..... | 31 |
| 3.1.1. Alat | 31 |
| 3.1.2. Bahan..... | 31 |

| | |
|--|-----------|
| 3.2. Prosedur kerja..... | 31 |
| 3.2.1. Sintesis nanopartikel Ni(OH) ₂ | 31 |
| 3.2.2. Penambahan surfaktan..... | 32 |
| 3.2.3. Karakterisasi nanopartikel (NiO) _x | 33 |
| BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN | 34 |
| 4.1. Sintesis nanopartikel nikel hidroksida | 34 |
| 4.2. Pengaruh konsentrasi natrium sitrat pada sintesis nanopartikel nikel hidroksida | 36 |
| 4.2. Karakterisasi nanopartikel nikel hidroksida..... | 42 |
| 4.3. Sintesis nanopartikel nikel hidroksida menggunakan metode sonikasi dengan dan tanpa penambahan surfaktan..... | 57 |
| 4.4. Karakterisasi nanopartikel nikel hidroksida menggunakan ultrason dengan dan tanpa penambahan surfaktan..... | 62 |
| BAB 5 KESIMPULAN..... | 75 |
| 5.1. Kesimpulan | 75 |
| 5.2. Saran | 75 |
| DAFTAR PUSTAKA | 77 |
| LAMPIRAN A | 83 |

DAFTAR GAMBAR

| | |
|--|----|
| Gambar 1.1. Nanopartikel Ni(OH) ₂ berbentuk sirip ikan (a), nanoflower (b) nano platelet-like (c), nanosheet (d), nanoneedles (e), nanosheet (f), nanorod (g), nanobelts (h), nanospherical (i)..... | 3 |
| Gambar 1.2. Nanopartikel nikel berbentuk spherical (a), snow ball flower (b), starlike (c) | 4 |
| Gambar 1.3. TEM dari NiO berbentuk fiber (a), spherical (b), nanocluster (c) | 5 |
| Gambar 2.1. Skema kerja alat FTIR..... | 17 |
| Gambar 2.2. Interferometer | 18 |
| Gambar 2.3. Interferogram. | 18 |
| Gambar 2.4. Perubahan interferogram menjadi spektrum..... | 19 |
| Gambar 2.5. FTIR dari sintesis nikel hidroksida menggunakan metode mekanisme presipitasi alkalisasi homogen. (Galo dkk., 1999)..... | 20 |
| Gambar 2.6. FTIR Ni(OH) ₂ hasil sintesis pada pH 10,5 (a) dan 11 (b). (Khan dkk., 2011). | 20 |
| Gambar 2.7. Skema Alat DTA (Differential Thermal Analysis)..... | 21 |
| Gambar 2. 8. Kurva perubahan suhu sebagai fungsi dari waktu..... | 22 |
| Gambar 2. 9. DTA/TGA dari sintesis nanopartikel nikel dengan metode polyol. | 23 |
| Gambar 2. 10. TGA dari nikel oksalat | 23 |
| Gambar 2. 11. Skema alat XRD..... | 24 |
| Gambar 2.12. Interferensi dari gelombang yang dipancarkan atom di dalam kristal geometrical yang diilustrasikan dengan Hukum Braggs. | 24 |
| Gambar 2.13. Difraktogram Ni(OH) ₂ sintetis secara hidrotermal pada pH 10,5 dan 11. (Khan dkk., 2011)..... | 26 |
| Gambar 2.14. Hasil XRD dari Ni(OH) ₂ dengan metode ko-presipitasi. (Yan, 2006). | 26 |
| Gambar 2.15. Spektroskopi UV-Vis nanopartikel NiO yang terdispersi dalam etanol..... | 29 |
| Gambar 3. 1. (a) Skema sel elektrolisis sintesis partikel nano Ni(OH) ₂ dan (b) Alat sel elektrolisis sintesis partikel nano Ni(OH) ₂ | 32 |
| Gambar 4.1. Hasil XRD logam nikel (a), dan standar logam nikel (b)..... | 34 |

| | |
|--|----|
| Gambar 4. 2. Hasil XRF logam Nikel. | 35 |
| Gambar 4.3. Warna larutan saat proses elektrolisis tanpa penambahan natrium sitrat pada potensial 55 V selama 30 menit. | 37 |
| Gambar 4.4. Perubahan warna yang terjadi ketika disintesis pada saat 1 menit sampai dengan 30 menit. | 39 |
| Gambar 4.5. Larutan hasil dari proses elektrolisis pada potensial 10V, 15V, 20V, 25V, 30 V, 40V, 45V, 50V, dan 55V dari kiri ke kanan selama 30 menit dengan menggunakan natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air | 39 |
| Gambar 4.6. Grafik massa rata-rata logam nikel yang terlarut dalam dispersi pada berbagai konsentrasi natrium sitrat dan potensial 55 V. | 41 |
| Gambar 4.7. Massa logam nikel yang terlarut dalam larutan nikel sitrat pada konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 10 V sampai 55 V | 42 |
| Gambar 4.8. Spektrum UV-Vis hasil dari proses elektrolisis dengan natrium sitrat 0,1 M sampai 0,5 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V selama 30 menit..... | 43 |
| Gambar 4.9. Absorbansi sebagai fungsi dari konsentrasi natrium sitrat 0,1 M sampai 0,5 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V selama 30 menit | 43 |
| Gambar 4.10. Spektrum UV-Vis dari proses elektrolisis dengan natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air pada potensial 10 V sampai 55 V selama 30 menit..... | 45 |
| Gambar 4.11. Absorbansi sebagai fungsi dari konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air pada potensial 10 V sampai 55 V selama 30 menit | 46 |
| Gambar 4.12. Serbuk nikel sitrat yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air pada potensial 55 V, massa yang didapatkan sebanyak 0,3985 g | 47 |
| Gambar 4.13. Serbuk nikel oksida setelah dikalsinasi pada suhu 600 °C, massa yang didapatkan sebanyak 0,1879 g..... | 48 |
| Gambar 4.14. Spektrum FTIR nanopartikel nikel dari proses elektrolisis dengan natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air pada potensial 55 V selama 30 menit | 48 |
| Gambar 4. 15. Differential Thermal Analysis dari dekomposisi Ni(OH) ₂ | 49 |

| | |
|---|----|
| Gambar 4. 16. Diffraktogram XRD dari nikel hidroksida pada suhu 300 °C..... | 51 |
| Gambar 4. 17. Diffraktogram XRD dari nikel oksida pada suhu 600 °C. | 51 |
| Gambar 4.18. Gambar TEM Nanopartikel Ni(OH) ₂ yang diperoleh dari proses elektrolisis menggunakan natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air dengan potensial 55 V selama 30 menit | 53 |
| Gambar 4.19. Gambar TEM dari nanopartikel nikel oksida yang diperoleh dari proses elektrolisis menggunakan natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air dengan potensial 55 V selama 30 menit | 54 |
| Gambar 4.20. Gambar SEM Nanopartikel Ni(OH) ₂ yang diperoleh dari proses elektrolisis menggunakan natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air dengan potensial 55 V selama 30 menit | 55 |
| Gambar 4.21. Gambar SEM EDX dari nanopartikel nikel hidroksida yang diperoleh dari proses elektrolisis menggunakan natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air dengan potensial 55 V selama 30 menit yang sudah di oven pada suhu 80 °C | 57 |
| Gambar 4.21. Sintesis nanopartikel nikel hidroksida dengan metode sonikasi. .. | 58 |
| Gambar 4.22. Larutan hasil dari proses elektrolisis dengan metode sonikasi dengan menggunakan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air pada potensial 55 V dengan penambahan CTAB, volume akhir air menjadi 390 mL | 58 |
| Gambar 4.23. Larutan hasil dari proses elektrolisis menggunakan metode sonikasi dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL pada potensial 55 V tanpa penambahan CTAB, volume akhir air menjadi 390 mL..... | 59 |
| Gambar 4.24. Grafik massa logam nikel yang terlarut dari proses elektrolisis pada konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 15 V sampai 55 V tanpa penambahan CTAB..... | 60 |
| Gambar 4.25. Massa rata-rata logam nikel yang terlarut dalam proses elektrolisis pada konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, dengan penambahan CTAB pada potensial 15 V sampai 55 V | 61 |

- Gambar 4.26.** Spektra UV-Vis hasil dari proses elektrolisis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V tanpa penambahan CTAB..... 63
- Gambar 4.27.** Spektrum UV- Vis hasil dari proses elektrolisis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V dengan penambahan CTAB..... 64
- Gambar 4.28.** Nanopartikel Ni(OH)₂ berbentuk bulat dengan elektrolisis pada dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55V tanpa CTAB pada gambar (a) dan gambar (b) nanopartikel Ni(OH)₂ dengan menggunakan CTAB. 65
- Gambar 4.29.** Serbuk hasil dari proses elektrolisis yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V dengan tambahan CTAB, massa yang didapatkan sebanyak 1,2160 g..... 66
- Gambar 4.30.** Serbuk nikel oksida dengan penambahan CTAB setelah dikalsinasi pada suhu 600 °C, massa yang didapatkan sebanyak 0,6287 g..... 66
- Gambar 4.31.** Thermogram hasil dari proses elektrolisis pada voltase tinggi dengan sonikasi dan (a) tanpa CTAB, (b) dengan CTAB..... 67
- Gambar 4.32.** Diffraktogram dari Ni(OH)₂ yang terjadi pada 55 Volt dengan sonikasi (a) tanpa penambahan CTAB dan (c) diffraktogram dari nanopartikel NiO setelah kalsinasi dari Ni(OH)₂ (b) tanpa CTAB (d) dengan penambahan CTAB 71
- Gambar 4.33.** Spektrum FTIR dari Ni(OH)₂ yang terjadi pada 55 V dengan sonikasi (a) tanpa penambahan CTAB (b) dengan penambahan CTAB 73

DAFTAR TABEL

| | |
|--|----|
| Tabel 2. 1. Nilai rata – rata nanopartikel NiO dalam larutan 2 M H ₂ SO ₄ + 0.5 M Et + 2.5 mg/mL dari PVP 40 selama 3 jam. | 12 |
| Tabel 2. 2. Nilai rata – rata nanopartikel NiO dalam larutan 2 M H ₂ SO ₄ + 0.5 M Et + 2.5 mg/mL dari PVP 40 pada 36 V..... | 12 |
| Tabel 2.3. Kelarutan nikel hidroksida | 15 |
| Tabel 2.4. Distribusi spesi asam sitrat..... | 16 |
| Tabel 4. 1. Komposisi logam nikel dari hasil XRF..... | 34 |
| Tabel 4.2. Massa rata-rata logam nikel yang terlarut menjadi dispersi nanopartikel nikel hidroksida pada berbagai konsentrasi natrium sitrat pada potensial 55 V | 40 |
| Tabel 4.3. Massa logam nikel yang terlarut menjadi larutan nanopartikel nikel hidroksida pada konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 10 V sampai 55 V | 41 |
| Tabel 4.4. Data nilai (λ_{max}) hasil pengukuran UV-Vis dari proses elektrolisis yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 hingga 0,5 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V | 44 |
| Tabel 4.5. Data nilai absorbansi pada ($\lambda_{max}=387$) hasil pengukuran UV-Vis dari proses elektrolisis yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 hingga 0,5 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V. | 44 |
| Tabel 4.6. Data nilai % Transmittan pada ($\lambda_{max}=387$) hasil pengukuran UV-Vis dari proses elektrolisis yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 hingga 0,5 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V. | 44 |
| Tabel 4.6. Data nilai absorbansi pada ($\lambda_{max}= 387nm$) hasil pengukuran UV-Vis dari proses elektrolisis yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air pada potensial 10-55 V | 46 |
| Tabel 4.7. Massa logam nikel yang terlarut dalam proses elektrolisis pada konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 15 V sampai 55 V tanpa penambahan CTAB. | 59 |

- Tabel 4.8.** Massa rata-rata logam nikel yang terlarut dalam proses elektrolisis pada konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, dengan penambahan CTAB pada potensial 15 V sampai 55 V. 61
- Tabel 4.9.** Data nilai absorbansi pada ($\lambda_{\text{max}} = 387 \text{ nm}$) hasil pengukuran UV-Vis dari proses elektrolisis yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V tanpa penambahan CTAB 63
- Tabel 4.10.** Data nilai absorbansi ($\lambda_{\text{max}} = 387 \text{ nm}$) hasil pengukuran UV-Vis pada hasil dari proses elektrolisis yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V pada potensial 15 sampai 55 V dengan menggunakan tambahan surfaktan CTAB. 64

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar belakang

Peran nanopartikel begitu penting dalam pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi untuk kesejahteraan kehidupan manusia. Penggunaan nanopartikel sudah dimulai sejak dahulu, sebagai contoh Suku Maya menggunakan magnesium aluminium silikat yang disebut palygorskite atau Maya Blue sebagai pigmen dalam keramik, patung, lukisan di dinding dan kain. Analisa *transmission electron microscopy* (TEM) dari Maya Blue tersebut menunjukkan adanya Fe, Ti dan Mn dalam ukuran nano meter (Fahlman, 2007). Nanopartikel juga digunakan masyarakat Mesopotamia pada gelas berwarna untuk dekorasi, sebagai contoh Gelas Piala Lycurgus berisi nanopartikel perak dan emas. Adanya logam nanopartikel memberikan tampilan warna khusus untuk kaca. Bila dilihat di siang hari, tampak cahaya hijau. Namun, ketika ada cahaya bersinar yang dipantulkan ke dalam cangkir maka tampak cahaya merah (Kurniawan, 2008). Struktur karbon nanotube ditemukan dalam Pisau Baja Damaskus yang dibuat sekitar 500AD. Pisau tersebut menjadi terkenal karena kekuatan, ketajaman, ketahanan, dan keindahan pola permukaan, sehingga dapat memotong batuan tetapi masih cukup tajam untuk memotong syal sutra. (Kochmann, 2003).

Salah satu nanomaterial yang sangat menarik untuk dikembangkan saat ini adalah nanopartikel nikel. Nanopartikel nikel memiliki aplikasi yang potensial dalam berbagai bidang, seperti sensor (Zhang dkk., 2003), elektronik (Verrelli dkk., 2004), katalis (Velu dkk., 2006), dan pengobatan medis (Noorbakhsh dkk., 2008). Luasnya aplikasi nanopartikel nikel dalam berbagai aspek kehidupan mendorong terus dikembangkannya berbagai metode sintesis nanopartikel nikel seperti yang terjadi akhir-akhir ini. Tujuan pengembangan tersebut tidak lain adalah untuk mendapatkan nanopartikel dengan sifat-sifat yang diinginkan.

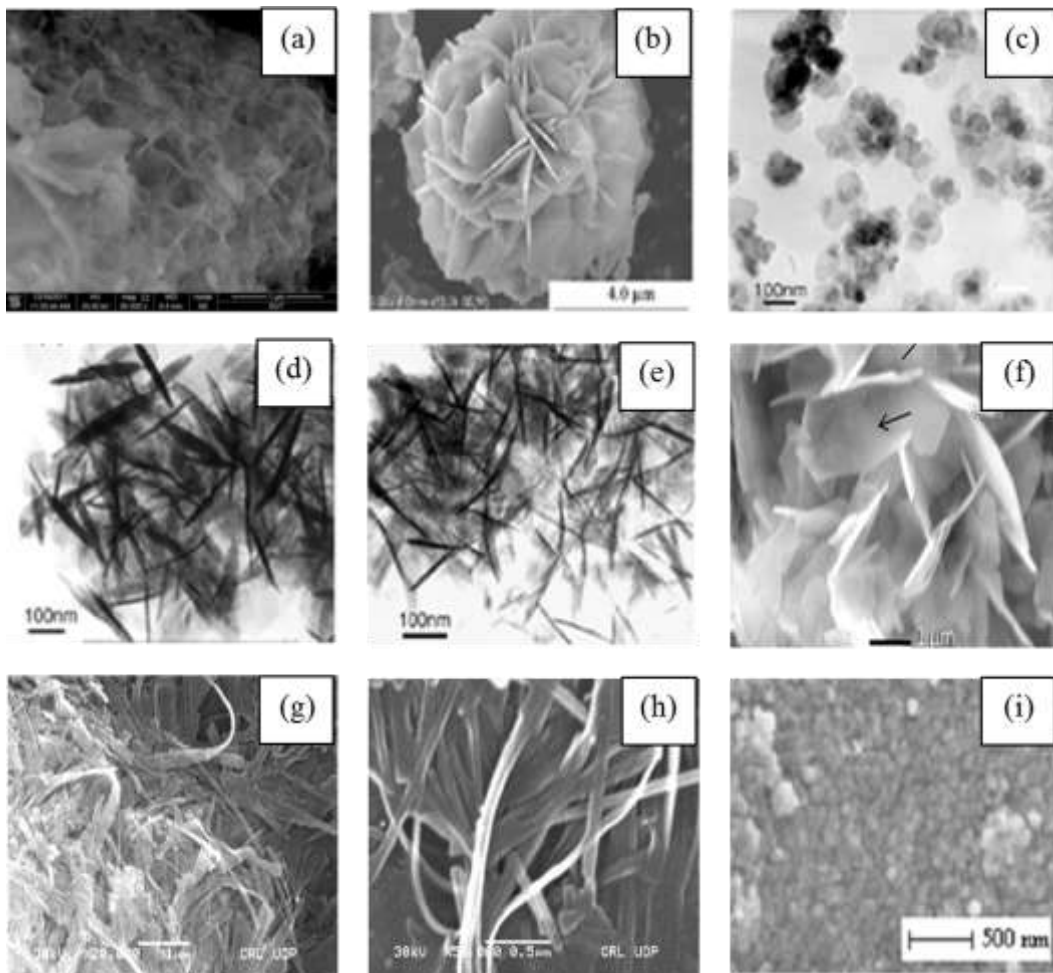
Nanopartikel nikel yang telah dikembangkan adalah nanopartikel nikel hidroksida (Ni(OH)_2) dan nikel oksida (NiO). Nanopartikel tersebut telah disintesis dengan beberapa macam metode. Soler-Illia dkk (1999) menggunakan metode alkalisasi homogen pada larutan nikel(II) nitrat dan urea pada suhu 423 K

dengan pemanasan menggunakan gelombang mikro. Metode presipitasi juga telah dilaporkan digunakan untuk mensintesis nanopartikel nikel. Metode ini menggunakan penambahan surfaktan berupa PEG 400 dan tween 80 (Yan dkk., 2006). Penambahan surfaktan CTAB pada sintesis nanopartikel Ni(OH)₂ juga telah dilakukan dengan metode ultrasonifikasi (Kiani dkk., 2010). Metode sintesis lainnya adalah hidrotermal. Beberapa peneliti melaporkan penggunaan metode tersebut dengan bahan tambahan yang berbeda, yaitu H₂O₂ (Khan dkk., 2011), urea (He dkk., 2011) dan NH₃ (Tang dkk., 2011). Kashani dkk (2013) mensintesis nanopartikel Ni(OH)₂ menggunakan metode oksidasi mikrowave dengan penambahan NaOH. Selain itu, metode pencelupan nikel *foam* ke larutan NiCl₂ dan dilanjutkan dengan pencelupan dalam NaOH juga telah dilaporkan (Wang dkk., 2013). Berbagai macam metode sintesis dan penambahan reagen yang berbeda tersebut menghasilkan perbedaan morfologi pada nanopartikel yang dihasilkan.

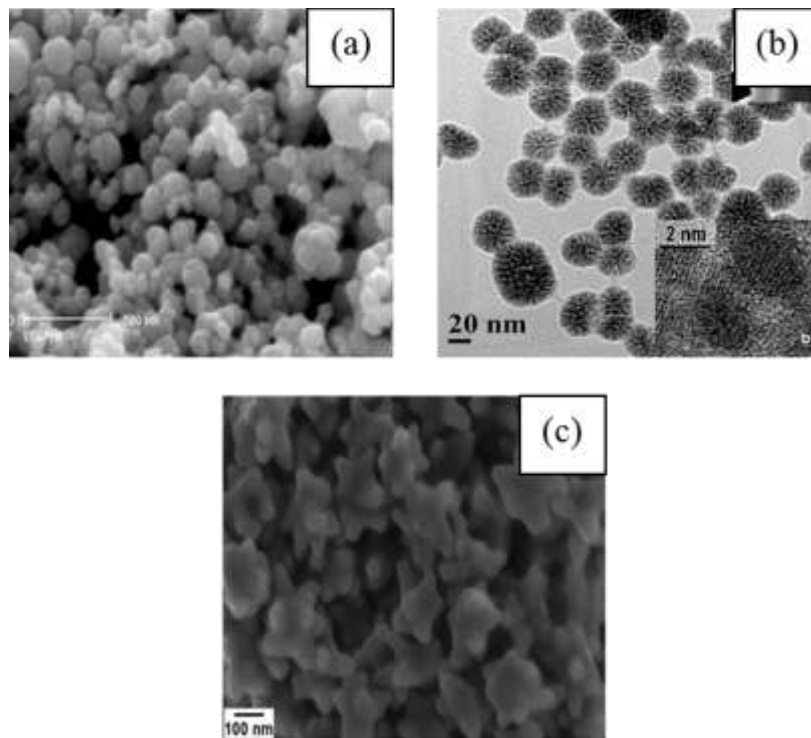
Morfologi dari nanopartikel nikel hidroksida Ni(OH)₂ yang diperoleh dengan metode yang telah dijelaskan di atas antara lain: nanopartikel Ni(OH)₂ berbentuk sirip ikan (Gambar 1.1a) (Wang dkk., 2013), *nanoflower* (Gambar 1.1b) (Soler-Illia dkk.,1999; Tang dkk., 2011; He dkk., 2011), *nano platelet-like* (Gambar 1.1c), *nano flake-like* (Gambar 1.1d), *nanoneedles* (Gambar 1.1e) (Yan dkk., 2006), *nanosheet* (Gambar 1.1f) didapatkan secara hidrotermal dengan penambahan H₂O₂ pada pH 11, *nanorod* (Gambar 1.1g) pada pH 8,5, *nanobelt* (Gambar 1.1h) pada pH 8,5-9,5 (Khan dkk., 2011), *nanospherical* (Gambar 1.1i) (Kiani dkk, 2010, Kashani dkk, 2013).

Secara mekanisme, sintesis Ni(OH)₂ memiliki perbedaan jika dibandingkan dengan sintesis nanopartikel nikel (NiNP) maupun nanopartikel nikel oksida (NiO). NiNP dapat disintesis dengan cara reduksi menggunakan hidrazin. Wu dkk., 2002 menggunakan cara tersebut dalam etilen glikol dengan penambahan NaOH. Penambahan potassium hidroksida dalam pelarut etanol dan aseton juga telah dilaporkan untuk mensintesis NiNP dengan metode reduksi hidrazin (Wu dkk., 2009). Selain itu, metode ini juga dapat dilakukan dengan penambahan asam sitrat, sodium dodecil sulfat, Tween 80, PEG 6000, dan D-sorbitol (Wang dkk., 2009) serta penambahan sodium dodecil sulfat dan NaBH₄

(Mandal dkk., 2009). NiNP juga telah disintesis menggunakan metode dekomposisi termal dengan penambahan urea (He dkk., 2011). Metode hidrotermal menggunakan reaktor sistem kontinu dengan penambahan surfaktan PVP dan CTAB juga dapat digunakan untuk memperoleh NiNP (Zeng dkk., 2012). Berbagai metode sintesis NiNP tersebut menghasilkan morfologi nanopartikel yang berbeda, yaitu *nanospherical* (Gambar 1.2a) (Wu dkk., 2009; Wang dkk., 2009; He dkk., 2011; dan Zeng dkk., 2012), *nano snowball flower* (Gambar 1.2b) (Mandal dkk., 2009), *nano star-like* (Gambar 1.2c) (He dkk., 2011).

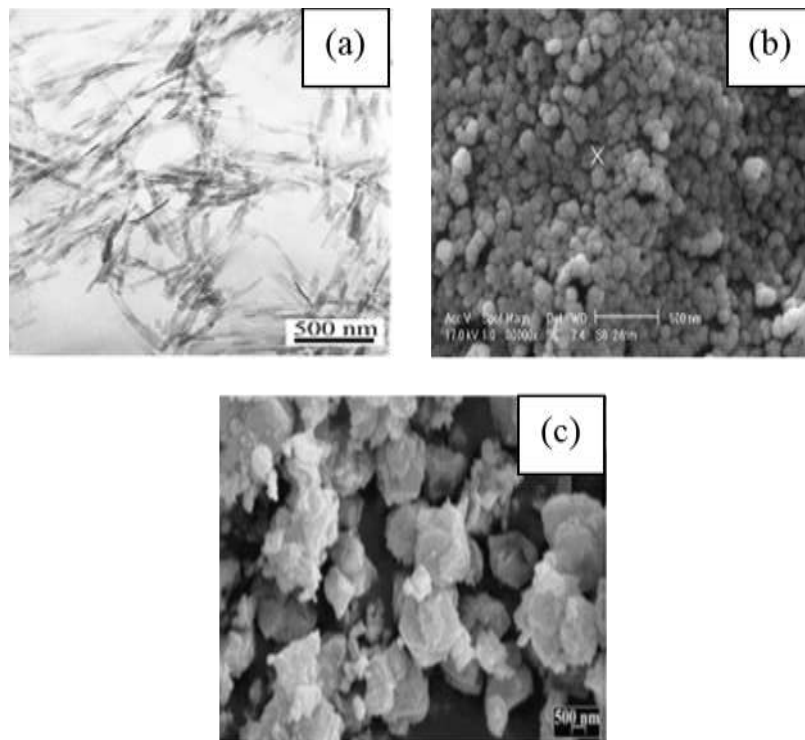


Gambar 1.1. Nanopartikel Ni(OH)₂ berbentuk sirip ikan (a), nanoflower (b) nano platelet-like (c), nanosheet (d), nanoneedles (e), nanosheet (f), nanorod (g), nanobelts (h), nanospherical (i).



Gambar 1.2. Nanopartikel nikel berbentuk spherical (a), snow ball flower (b), starlike (c)

Sedangkan, nanopartikel NiO dapat diperoleh menggunakan metode hidrotermal dengan penambahan etanol dan sodium dodecyl sulfonat (SDS) sebagai surfaktan (Wang dkk, 2004 dan Saghatforoush dkk., 2012). Gondal dkk., 2012 menggunakan metode *Pulsed Laser Ablation* dalam pelarut H_2O_2 . Selain itu, metode *elektro discharge* dengan penambahan H_2SO_4 dan etanol serta metode ultrasonifikasi dengan penambahan H_3L dan $NaOH$ juga telah dilaporkan untuk mensintesis NiO (Allagui dkk., 2007 dan Tahmasian dkk., 2012). Morfologi NiO yang dihasilkan dari berbagai metode tersebut adalah *nanofiber* (Gambar 1.3a) (Wang dkk., 2004), *nanospherical* (Gambar 1.3b) (Allagui dkk., 2007, Saghatforoush dkk., 2012, dan Gondal dkk., 2012), *nanocluster* (Gambar 1.3c) (Niasari dkk., 2008).



Gambar 1.3. TEM dari NiO berbentuk fiber (a), spherical (b), nanocluster (c)

Berdasarkan penjelasan di atas dapat disimpulkan bahwa metode sintesis dan bahan tambahan yang digunakan sangat mempengaruhi bentuk morfologi dan ukuran nanopartikel yang dihasilkan. Pada penelitian ini, nanopartikel nikel hidroksida ($\text{Ni}(\text{OH})_2$) disintesis dari logam nikel secara elektrokimia menggunakan tegangan tinggi. Logam nikel yang digunakan merupakan hasil tambang Indonesia. Logam nikel tersebut dielektrolisis dalam larutan aquademin dengan penambahan natrium sitrat pada tegangan tinggi. Pengaruh penambahan surfaktan berupa CTAB untuk memperoleh $\text{Ni}(\text{OH})_2$ juga dilakukan pada variasi tegangan. Produk sintesis yang dihasilkan dikarakterisasi dengan metode FTIR, UV-Vis dan XRD. Analisis morfologi produk sintesis dilakukan dengan TEM.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian pada latar belakang di atas, maka dibuat rumusan masalah sebagai berikut:

1. Apakah logam nikel hasil tambang Indonesia dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan nanopartikel nikel hidroksida secara elektrokimia menggunakan potensial tegangan tinggi?
2. Apakah logam nikel hasil tambang Indonesia dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan nanopartikel nikel hidroksida menggunakan metode sonikasi dengan penambahan surfaktan secara elektrokimia pada tegangan tinggi ?
3. Bagaimana cara mendapatkan kondisi terbaik pembuatan nanopartikel nikel hidroksida yang meliputi potensial tegangan, waktu sintesis dan suhu sintesis?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Memperoleh nanopartikel nikel hidroksida dari logam nikel hasil tambang Indonesia melalui gabungan metode elektrokimia pada potensial tegangan tinggi dengan menggunakan natrium sitrat.
2. Memperoleh nanopartikel nikel hidroksida dari logam nikel hasil tambang Indonesia menggunakan metode sonikasi dengan penambahan surfaktan *Cetyltrimethyl ammonium bromide* (CTAB) secara elektrokimia pada tegangan tinggi.
3. Menentukan kondisi terbaik pembentukan nanopartikel nikel hidroksida, yang meliputi potensial, waktu sintesis, suhu sintesis.

1.4 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat diterapkan dalam bidang industri karena nanopartikel nikel hidroksida merupakan salah satu material yang mempunyai aplikasi luas dalam bidang industri antara lain sebagai bahan dasar pembuatan baterai pada telepon genggam, sebagai bahan katalis karena murah dan memiliki performa yang baik bila dibandingkan dengan material lain dan sebagai bahan dasar pembuatan sensor insulin.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Nanopartikel nikel

Nikel merupakan salah satu logam kekayaan Indonesia. Nikel merupakan logam yang berwarna putih keperak-perakan. Nikel memiliki berat atom 58,71 g/mol dengan titik leleh 1453 °C dan titik didih 2732 °C. Beberapa bentuk senyawa nikel diantaranya nikel oksida, nikel hidroksida, nikel subsulfida, nikel klorida, dan nikel karbonil yang dapat diolah menjadi material nanopartikel. (Davis, 2000).

Nikel dalam bentuk nanopartikel dapat digunakan sebagai katalis dalam reaksi hidrogenasi dan reaksi oksidasi, dalam bidang elektronik dapat digunakan sebagai super kapasitor, dan dapat diaplikasikan sebagai sensor insulin, glukosa, etanol (Noorbakhsh dkk, 2008). Aplikasi nanopartikel di bidang bio-medis kadang membutuhkan nanopartikel yang bersifat superparamagnetis (sifat-sifat magnetik dari material) pada suhu kamar, yakni material tanpa magnetisasi remanen (magnetisasi tertinggal dalam bahan ferromagnetik sebagai contoh besi) sehingga terhindar dari agregasi. Selain itu untuk keperluan medis juga membutuhkan syarat khusus lain seperti biokompatibel, tidak beracun, stabil dalam air pada pH netral dan pH fisiologis. Oleh karena itu, sintesis nanopartikel menjadi salah satu topik penelitian yang sangat menarik.

Berbagai metode telah dilakukan untuk mendapatkan nanopartikel nikel. Metode yang umum adalah sintesis dengan reduksi kimia dalam media organik, mikroemulsi, dan metode hidrotermal. Metode reduksi kimia memiliki kelebihan dari metode yang lain yaitu murah dan cepat. Namun, metode ini sulit untuk mendapatkan nikel yang murni karena nikel mudah teroksidasi dengan air sehingga aplikasinya menjadi sangat sedikit. Metode reduksi kimia memerlukan modifikasi larutan dengan penambahan senyawa organik seperti sodium karboksil metil selulosa, tetrabutylammonium bromida, polibutan sulfonat, dan *cetil trimetil ammonia bromida* untuk mengontrol ukuran nanopartikel nikel. (Wang dkk, 2009). Produk sintesis yang dihasilkan dengan metode hidrotermal memiliki

kristalinitas tinggi, namun sulit dikontrol, partikel yang dihasilkan tidak terlalu halus dan distribusinya lebar.

2.2. Sintesis nanopartikel nikel

2.2.1. Reduksi kimia

Wu dkk, 2009 membuat nikel nanopartikel dari nikel klorida heksa hidrat ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), larutan hidrazin monohidrat ($\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) dan kalium hidroksida, etanol dan aseton. Nanopartikel nikel telah disintesis dengan cara penambahan nikel klorida dengan hidrazin pada suhu ruang tanpa penggunaan gas. Untuk mendapatkan bubuk nikel tanpa agglomerasi diperlukan pengaturan konsentrasi Ni^{2+} . Larutan Ni^{2+} yang digunakan memiliki konsentrasi 0,056 M; 0,111 M dan 0,333 M. Sedangkan, larutan kalium hidroksida dan hidrazin monohidrat memiliki rasio molar untuk $\text{N}_2\text{H}_4 / \text{Ni}^{2+} = 2,5; 5$ dan 10.

Pengaruh konsentrasi nikel klorida pada pembentukan partikel dipelajari dengan menggunakan rasio molar $\text{Ni}^{2+} / \text{N}_2\text{H}_4 / \text{NaOH} = 1:5:10$ dengan variasi konsentrasi Ni^{2+} (0,056 M; 0,111 M dan 0,333 M) pada suhu ruang selama 2 jam. Hasil SEM dari produk sintesis dengan konsentrasi Ni^{2+} 0,111 M menunjukkan monodispersi dengan diameter rata-rata 50 nm. Pada konsentrasi 0,333 M, produk sintesis yang dihasilkan berbentuk tidak bulat dan terjadi penggumpalan dengan diameter dari 20 sampai 140 nm. Analisa XRD dari produk sintesis dengan berbagai konsentrasi Ni^{2+} menunjukkan adanya persamaan puncak pada 44,5; 51,8; 76,4. Hasil tersebut apabila disesuaikan dengan indeks Miller adalah (1 1 1), (2 0 0) dan (2 2 2) dan menunjukkan fcc murni dari nikel tanpa pengotor. Perbedaan morfologi partikel dan distribusi ukuran dari Ni^{2+} dapat dijelaskan dengan rata-rata pertumbuhan atom. Sehingga, dapat diketahui rata-rata penurunan ukuran partikel dengan peningkatan pertumbuhan atom terhadap konsentrasi di dalam larutan. Sebagai tambahan, ketika inti atom mulai terbentuk pada waktu yang sama dan membentuk ukuran yang sama maka penyebarannya juga terbatas. Contohnya rata-rata pertumbuhan yang rendah dalam pembentukan atom dari penggunaan larutan Ni^{2+} 0,056 M pada suhu rendah akan mempengaruhi pertumbuhan partikel dan penyebarannya. Pada konsentrasi yang tinggi, yaitu 0,333 M, terdapat banyak atom yang terbentuk secara bersamaan dan permukaan potensial tidak dapat mencegah terjadinya penggumpalan. Partikel

utama tidak stabil dan tidak tumbuh, sehingga mengalami koagulasi menjadi partikel yang lebih besar. Hal ini menjelaskan formasi dari monodispersi nanopartikel nikel. Konsentrasi Ni^{2+} dapat dijabarkan melalui jumlah dan ukuran dari produk. Pengaruh konsentrasi yang digunakan sangat penting dipelajari agar mendapatkan bubuk nikel tanpa agglomerasi. Dimana, hasil penelitian ini melaporkan bahwa hasil terbaik diperoleh pada konsentrasi $\text{Ni}^{2+} = 0,111 \text{ M}$. Selain itu, rasio molar dari hidrazin menjadi Ni^{2+} juga sangat mempengaruhi morfologi partikel yang dihasilkan. Pengaruh tersebut dipelajari pada suhu ruang dengan rasio molar $\text{N}_2\text{H}_4/\text{Ni}^{2+} = 2,5;5$ dan 10 . Penggunaan hidrazin pada konsentrasi rendah ($0,5 < [\text{N}_2\text{H}_4]/[\text{Ni}^{2+}] < 5$) dengan ratio stokiometri $[\text{N}_2\text{H}_4]/[\text{Ni}^{2+}] = \frac{1}{2}$, menyebabkan reaksi tidak dapat berjalan. Hal ini disebabkan oleh pembentukan partikel yang semakin besar. Sehingga, dapat diketahui reduksi dari nikel klorida sangat pelan dan hanya beberapa atom yang terbentuk pada tahap awal reduksi akibat atom yang saling bertabrakan. Untuk memperbesar reduksi sehingga lebih banyak pembentukan atom dan pembentukan nanopartikel nikel maka konsentrasi ratio dari hidrazin ke nikel klorida diperbesar ($[\text{N}_2\text{H}_4]/[\text{Ni}^{2+}] = 5$). Ketika konsentrasi rasio tersebut diperbesar, maka reduksi dari nikel klorida lebih cepat daripada pembentukan ion nikel yang mengalami reduksi, sehingga ukuran dari nanopartikel sangat kecil dan terjadi monodispersi. Untuk konsentrasi hidrazin yang sangat tinggi pembentukan inti atom tidak dapat tercapai dan jumlah serta ukurannya cenderung konstan sekitar 50 nm .

Metode hidrazin juga dilakukan oleh Wang dkk., (2009) untuk menghasilkan nanopartikel nikel dari bahan nikel oksalat ($\text{NiC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Ukuran nanopartikel nikel yang berbeda dapat dihasilkan dengan menggunakan modifikasi organik senyawa seperti asam sitrat, sodium dodecil sulfat, Tween 80, PEG 6000, dan D-sorbitol. Modifikasi organik dan nikel oksalat dilarutkan ke dalam larutan etanol dengan alat ultrasonik selama 30 menit dan dipanaskan hingga suhu mencapai $60 \text{ }^\circ\text{C}$. Larutan etanol dari NaOH ditambahkan untuk menurunkan pH menjadi 12. Setelah itu hidrazin dari larutan etanol ditambahkan dan dipanaskan sampai suhu $80 \text{ }^\circ\text{C}$ dan diaduk dengan pengaduk magnetik selama 8 jam. Hasil akhir nanopartikel nikel didinginkan untuk menghilangkan kadar air dari larutan ethanol. Nanopartikel nikel yang dihasilkan memiliki rentang ukuran

yang bervariasi. Urutan ukuran partikel yang dihasilkan dari terkecil hingga terbesar adalah sebagai berikut: dengan menggunakan asam sitrat (9 nm) > *sodium dodecil sulphate* (60 nm) > Tween 80 (178 nm) > PEG 6000 (184 nm) > *D-sorbitol* (339 nm).

Penggabungan metode hidrazin dengan penambahan SDS (*Sodium Dodecil Sulphate*) juga dilakukan oleh Mandal dkk., 2009. Nikel asetat dengan konsentrasi 0,01 M dilarutkan ke dalam 30 mL SDS, kemudian dicampur dengan 30 mL etanol dan 30 mL alkohol. Campuran tersebut dipanaskan pada suhu 70°C. Hidrazin ditambahkan sambil diaduk dengan pengaduk magnetik, kemudian ditambahkan NaBH₄ untuk mereduksi garam Ni. Proses tersebut menghasilkan larutan hitam yang menunjukkan terbentuknya nanopartikel Ni.

Zeng dkk., 2012 membandingkan penggunaan dua surfaktan yaitu PVP dengan CTAB dalam pembuatan nanopartikel nikel. Penelitian ini menggunakan metode reduksi hidrazin dengan sistem reaktor kontinyu, larutan NiCl₂·6H₂O dalam ethanol dan ditambah dengan PVP dan CTAB. Selanjutnya, campuran tersebut dipompa secara bersamaan dengan dipompanya larutan N₂H₄·H₂O dan NaOH menuju *caterpillar mixer*. *Caterpillar mixer* tersebut telah terhubung dengan *fluorinated-ethylene-propylene* (FEP). Pada proses ini terdapat *oil bath* yang berfungsi untuk menjaga suhu tetap konstan. Produk yang dihasilkan kemudian didinginkan dan dioven pada suhu 80 °C untuk memperoleh nanopartikel nikel.

Sintesis dengan proses karbonisasi diteliti oleh Zhai dkk., 2010. Metode sintesis ini menghasilkan mesoporous magnetik karbon/nanopartikel nikel. Bahan yang digunakan adalah resol, TEOS (*tetraetil ortosilikat*) dan nikel nitrat sebagai bahan dasar serta triblok kopolymer F127 sebagai *template*. Proses sintesis ini melalui beberapa tahapan, yaitu pemanasan thermal, karbonisasi, dan penghilangan silika dengan larutan NaOH. Nikel akan mengalami reduksi menjadi nanopartikel nikel sebelum proses karbonasi, sehingga terhindar dari agregasi karena adanya silika pori akan menjadi kecil dan ukuran akan mencapai 6,6 nm untuk komposisi silika/carbon/ nanopartikel nikel. Komposisi dengan Ni terendah (1,7 wt%) menghasilkan struktur 2-D hexagonal berukuran mesopori 6,8 nm dengan permukaan area tertinggi (1580 m² g⁻¹) dan volume pori terbesar (1,42 cm³

g^{-1}). Selain itu, mesopori seragam juga terbentuk pada pori-pori kecil yang terdapat dalam dinding karbon. Pembentukan tersebut memberikan kontribusi pada permukaan area. Magnetik nanopartikel nikel yang terbentuk mempunyai ukuran 16 nm dan meningkat menjadi 20,3 nm.

Yaqoob Khan., dkk 2011 menggunakan metode hidrotermal untuk mendapatkan nikel hidroksida nanorods, nanobelts, dan nanosheet dengan melakukan variasi pH. $\beta\text{-Ni(OH)}_2$ terbentuk dengan ukuran 10-20 nm pada pH 11. Morfologi nanobelts dengan ukuran 40–80 nm dan nanorods dengan diameter 50–60 nm diperoleh pada range pH 9,5–8,5. Hidrogen peroksida (30%) digunakan sebagai material awal dan 7 gram $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan ke dalam 100 mL air destilasi untuk menyiapkan 0,25 M larutan. pH larutan diatur dengan penambahan NH_3 . Larutan tersebut diaduk dengan pengaduk magnetik selama 10 menit. H_2O_2 ditambahkan ke dalam larutan sebagai bahan dasar anion. Penambahan H_2O_2 segera menyebabkan perubahan warna menjadi hijau pada larutan. Larutan diaduk kembali selama 30 menit, kemudian larutan diletakkan di dalam autoklaf, dan dipanaskan sampai 200 °C selama 5 jam. Selanjutnya, Ni(OH)_2 yang diperoleh disaring, dicuci untuk menghilangkan pengotor, dan dikeringkan pada suhu 60 °C. Nanostuktur NiO dari sampel diperoleh dengan memanaskan sampel pada suhu 500 °C selama 3 jam.

2.2.2. Reduksi elektrokimia

Allagui, dkk (2011) membuat nanopartikel nikel oksida dengan metode *discharge* elektrokimia. Bahan yang digunakan adalah H_2SO_4 , $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ (Et), $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ (Ac), HNO_3 dan HCl , logam nikel dengan diameter 0,5 mm dan lempengan logam nikel dengan kemurnian 99,5 % serta *polivinil pirolidon* (PVP 40) dengan berat molekul 40 g/mol. Larutan yang digunakan dalam penelitian ini adalah 2 M H_2SO_4 dan 0,5 M etanol sebagai *residual scavenger*. Larutan tersebut kemudian ditambahkan 250 mg PVP 40. Aquaregia dibuat dengan mencampurkan HNO_3 dan HCl dengan perbandingan 3:1. Dua elektroda nikel digunakan untuk dekontaminasi dari material organik.

Syarat utama dengan metode ini adalah penggunaan H_2SO_4 , Et, PVP 40 dalam rentang 0-50 V. Penelitian ini menggunakan 3 variasi voltase, yaitu 30, 36,

42 V dan waktu proses sintesis dari 1; 3 dan 5 jam. Partikel yang diperoleh berbentuk bulat. Hasil sintesis ditunjukkan pada Tabel 2.1 dan 2.2

Tabel 2. 1. Nilai rata – rata nanopartikel NiO dalam larutan 2 M H₂SO₄ + 0.5 M Et + 2.5 mg/mL dari PVP 40 selama 3 jam.

| | Voltase (V) | | |
|--------|-------------|----|-----|
| | 30 | 36 | 42 |
| x (nm) | 91 | 70 | 107 |

Tabel 2. 2. Nilai rata – rata nanopartikel NiO dalam larutan 2 M H₂SO₄ + 0.5 M Et + 2.5 mg/mL dari PVP 40 pada 36 V.

| | Waktu (jam) | | |
|--------|-------------|----|----|
| | 1 | 3 | 5 |
| x (nm) | 60 | 70 | 79 |

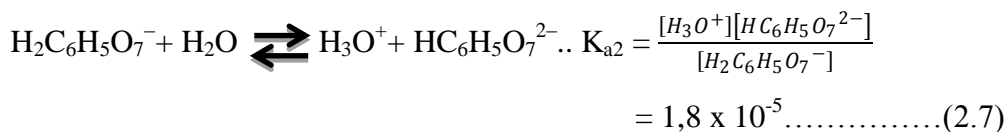
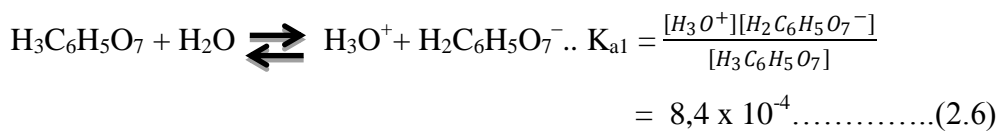
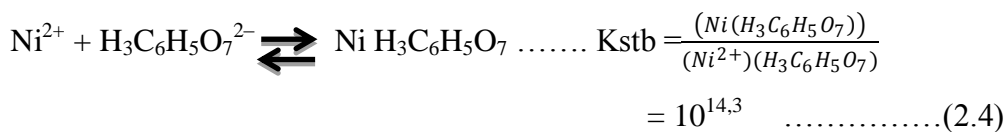
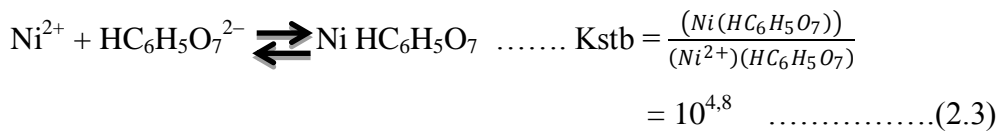
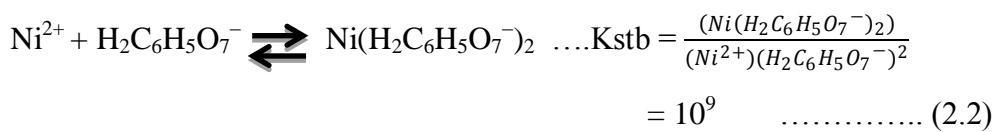
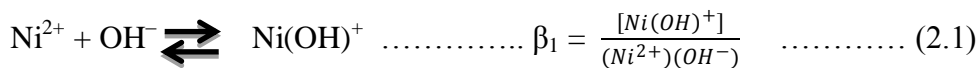
2.3. Metode Gravimetri

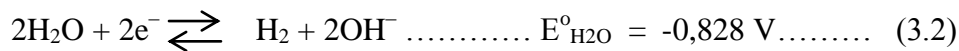
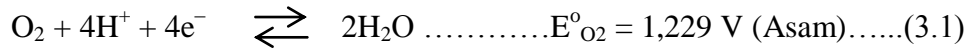
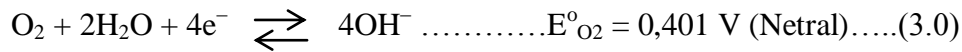
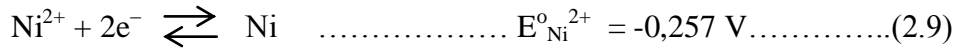
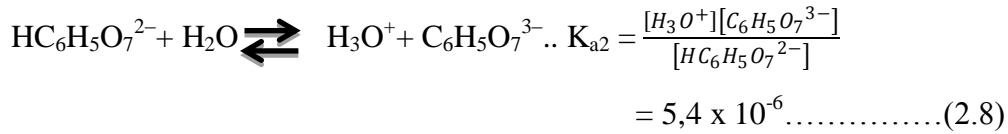
Beberapa metode analitik berdasarkan pengukuran massa, salah satunya adalah metode gravimetri analit dipisahkan dari larutan sampel dengan pengendapan dan dirubah menjadi komposisi berat, dapat juga dirubah ke dalam fasa gas, setelah diketahui komposisi dari gas dapat dilakukan pengukuran konsentrasi analit. Metode tersebut dibagi menjadi dua yang pertama elektro gravimetri, analit yang diperoleh dekomposisi dari elektroda dengan arus elektronik, massa yang didapatkan kemudian digunakan sebagai perhitungan sehingga didapatkan konsentrasi dari analit, metode yang kedua adalah gravimetri titrimetri, massa dari reagen yang sudah diketahui konsentrasinya digunakan untuk mereaksikan secara lengkap dengan analit, pada pengendapan gravimetric analit dirubah menjadi larutan yang bisa diendapkan, setelah itu di filter kemudian dicuci untuk menghilangkan pengotor kemudian dirubah untuk mengetahui kandungannya dengan pemanasan. Faktor yang menjabarkan ukuran partikel adalah dari pengendapan. Ukuran partikel padatan yang terbentuk dari pengendapan disebut *suspensi koloid* (dimana memiliki diameter partikel 10^{-4} cm) sehingga partikel *koloid* tidak mudah untuk disaring.

2.3.1. Mekanisme terbentuknya pengendapan

Efek dari *supersaturation* pada ukuran partikel dapat dijelaskan dalam *nucleation* (pembentukan inti) dan pertumbuhan partikel, ukuran partikel yang terbentuk ditentukan dari yang mendominasi, pada pembentukan inti terdiri dari beberapa ion, atom atau molekul, yang bersatu kemudian membentuk padatan, seringkali inti dari permukaan area *suspended solids* sebagai contoh debu, terjadi persaingan antara pembentukan inti dan pertumbuhan partikel jika pembentukan inti mendominasi maka ukuran partikel akan membesar tetapi jika pertumbuhan partikel mendominasi maka jumlah partikel besar yang terbentuk sedikit

Data





Solubility Ni(OH)₂ (S)

$$\begin{aligned} S &= [\text{Ni}^{2+}] + [\text{Ni(OH)}^+] \\ &= [\text{Ni}^{2+}] \left[1 + \frac{[\text{Ni(OH)}^+]}{[\text{Ni}^{2+}]} \right] \dots (3.4) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} S &= \frac{K_{sp}}{(\text{OH}^-)^2} [1 + 10^{4,6}(\text{OH}^-)] \\ &= \frac{K_{sp} [\text{H}_3\text{O}^+]^2}{K_w^2} \left(1 + \frac{10^{4,6} K_w}{(\text{H}_3\text{O}^+)} \right) \dots (3.5) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} S &= \frac{10^{-14,7} [\text{H}_3\text{O}^+]^2}{10^{-28}} \left(1 + \frac{10^{-9,4}}{(\text{H}_3\text{O}^+)} \right) \\ &= 10^{13,3} (\text{H}_3\text{O}^+)^2 \left(1 + \frac{10^{-9,4}}{(\text{H}_3\text{O}^+)} \right) \dots (3.6) \end{aligned}$$

$$S = 10^{13,3} (\text{H}_3\text{O}^+)^2 + 10^{3,9} (\text{H}_3\text{O}^+) \dots (3.7)$$

Tabel 2.3. Kelarutan nikel hidroksida

| pH | S | Log S |
|----|------------------------|--------|
| 1 | $2,0 \times 10^{12}$ | 12,3 |
| 2 | 109,3 | 9,3 |
| 3 | 107,3 | 7,3 |
| 4 | 105,3 | 5,3 |
| 5 | 103,3 | 3,3 |
| 6 | 20,32 | 1,3 |
| 7 | 2 | 0,3 |
| 8 | $2,1 \times 10^{-3}$ | -2,68 |
| 9 | $2,8 \times 10^{-5}$ | -4,55 |
| 10 | $9,9 \times 10^{-7}$ | -6,00 |
| 11 | $8,1 \times 10^{-8}$ | -7,09 |
| 12 | $7,96 \times 10^{-9}$ | -8,098 |
| 13 | $7,95 \times 10^{-10}$ | -9,1 |
| 14 | $7,94 \times 10^{-11}$ | -10,1 |

DISTRIBUSI SPESI ASAM SITRAT

$$X_1 = \frac{[H_3C_6H_5O_7]}{[H_3C_6H_5O_7] + [H_2C_6H_5O_7^-] + [HC_6H_5O_7^{2-}] + [C_6H_5O_7^{3-}]}$$

$$X_1 = \frac{1}{1 + \frac{8,4 \times 10^{-4}}{[H_3O^+]} + \frac{1,5 \times 10^{-8}}{[H_3O^+]^2} + \frac{6,1 \times 10^{-14}}{[H_3O^+]^3}} \dots\dots\dots(3.8)$$

$$X_2 = \frac{[H_2C_6H_5O_7^-]}{[H_3C_6H_5O_7] + [H_2C_6H_5O_7^-] + [HC_6H_5O_7^{2-}] + [C_6H_5O_7^{3-}]}$$

$$X_2 = \frac{1}{\frac{8,4 \times 10^{-4}}{[H_3O^+]} + 1 + \frac{1,8 \times 10^{-5}}{[H_3O^+]} + \frac{7,2 \times 10^{-11}}{[H_3O^+]^2}} \dots\dots\dots(3.9)$$

$$X_3 = \frac{[HC_6H_5O_7^{2-}]}{[H_3C_6H_5O_7] + [H_2C_6H_5O_7^-] + [HC_6H_5O_7^{2-}] + [C_6H_5O_7^{3-}]}$$

$$X_3 = \frac{1}{\frac{[H_3O^+]^2}{1,5 \times 10^{-8}} + \frac{[H_3O^+]}{1,8 \times 10^{-5}} + 1 + \frac{4,0 \times 10^{-6}}{[H_3O^+]}} \dots\dots\dots(4.0)$$

$$X_3 = \frac{[C_6H_5O_7^{3-}]}{[H_3C_6H_5O_7] + [H_2C_6H_5O_7^-] + [HC_6H_5O_7^{2-}] + [C_6H_5O_7^{3-}]}$$

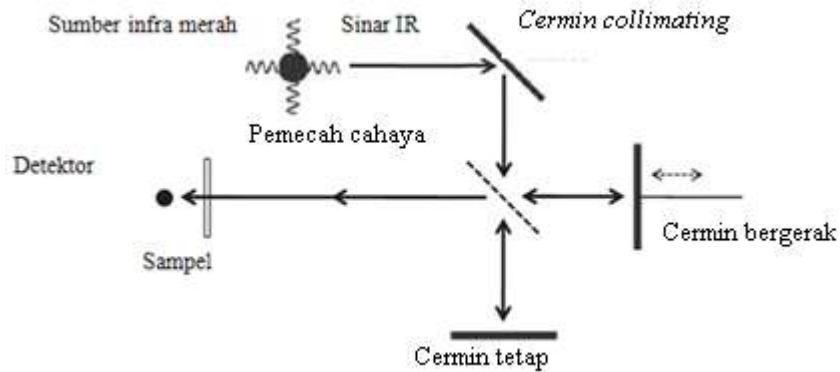
$$X_4 = 1 - X_1 - X_2 - X_3 \dots\dots\dots(4.1)$$

Tabel 2.4. Distribusi spesi asam sitrat

| pH | (H ₃ L) X ₁ | (H ₂ L ⁻) X ₂ | (HL ²⁻) X ₃ | (L ³⁻) X ₄ |
|----|--------------------------------------|--|---------------------------------------|--------------------------------------|
| 1 | 0,9916715 | 0,008399 | 1,5E-09 | 0 |
| 2 | 0,9223807 | 0,07748 | 0,00014 | 0,000073 |
| 3 | 0,539037 | 0,4527861 | 0,008144 | 0,0000329 |
| 4 | 0,0911535 | 0,7655516 | 0,151469 | 0,071444 |
| 5 | 0,0042373 | 0,28313334 | 0,509637 | 0,202992 |
| 6 | 0,00001326 | 0,010989 | 0,197996 | 0,79100174 |
| 7 | 0,000000016 | 0,000135482 | 0,0243869 | 0,9754776 |
| 8 | | 0,000001385 | 0,00249376 | 0,99750485 |
| 9 | | | 0,00024994 | 0,99975006 |
| 10 | | | 0,00002499 | 0,999977 |

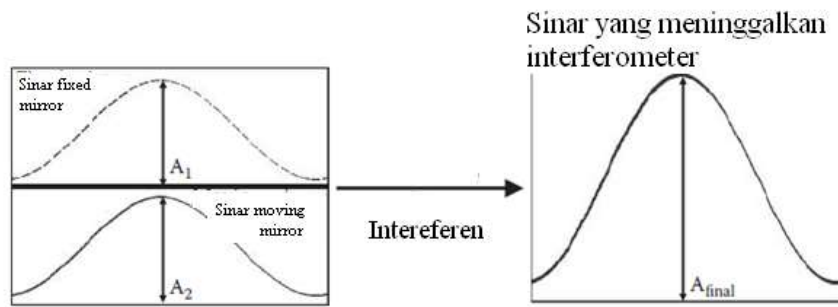
2.4.Karakterisasi morfologi

2.4.1. Karakterisasi dengan FTIR (Fourier Transform Infra-Red)



Gambar 2.1. Skema kerja alat FTIR.

Spektroskopi inframerah transformasi Fourier digunakan untuk memperoleh informasi kualitatif tentang molekul, seperti identifikasi dan analisis struktur padatan. Molekul yang bisa dianalisa dengan instrumen ini harus mempunyai sifat-sifat tertentu untuk melakukan absorpsi karena tidak semua molekul dapat menyerap dalam daerah inframerah. Agar terjadi absorpsi, molekul harus mempunyai momen dipol (polaritas). Molekul diatomik harus mempunyai dipol permanen (ikatan kovalen polar dimana pasangan elektron saling berbagi satu sama lain). Gugus yang bervibrasi pada daerah inframerah mengabsorpsi pada panjang gelombang tertentu. Gugus fungsi yang dapat diidentifikasi termasuk gugus hidroksil pada alkohol, karbonil pada ester, olefin, dan hidrokarbon aromatik tak jenuh (Christian, 2004). Skema kerja alat FTIR ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2. Interferometer

Dimana persamaan yang digunakan adalah persamaan 2.1.

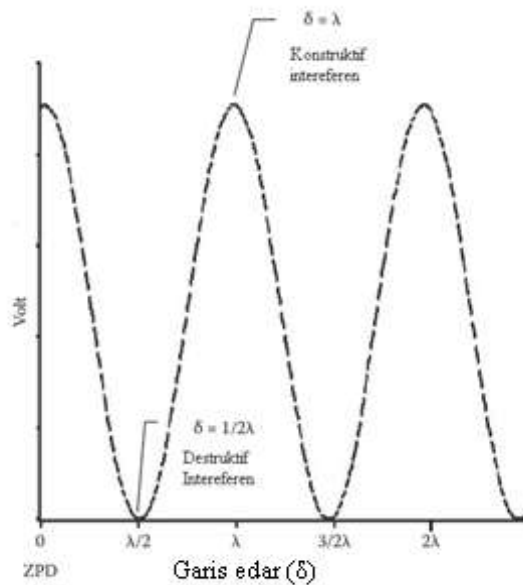
$$\delta = n \cdot \lambda \quad (2.1)$$

δ = *optical path difference*

λ = panjang gelombang

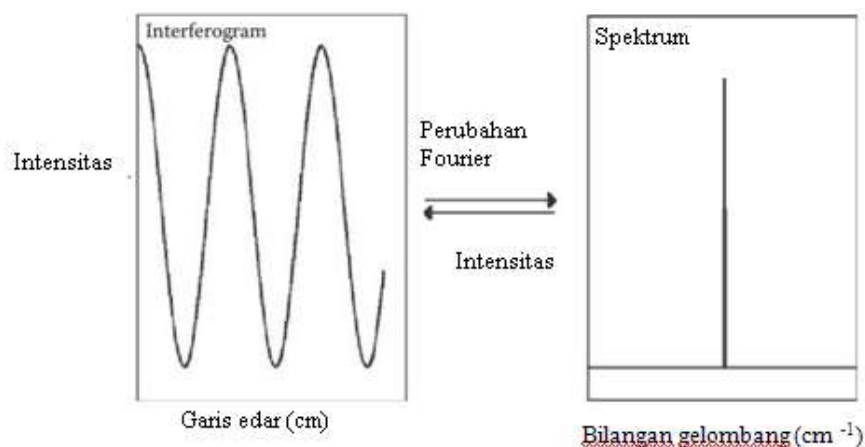
$n = 0, 1, 2, \dots$ (integer)

Sinar tersebut pada *beam splitter* memudar, sehingga interference mengalami kerusakan, maka persamaanya berubah menjadi $\delta = 1/2 \lambda$. Hingga sinar mencapai nilai maksimal maka persamaan yang digunakan menjadi $\delta = \lambda$. Oleh karena itu, plot antara intensitas cahaya dengan *optical path difference* disebut sebagai interferogram (Gambar 2.4).



Gambar 2.3. Interferogram.

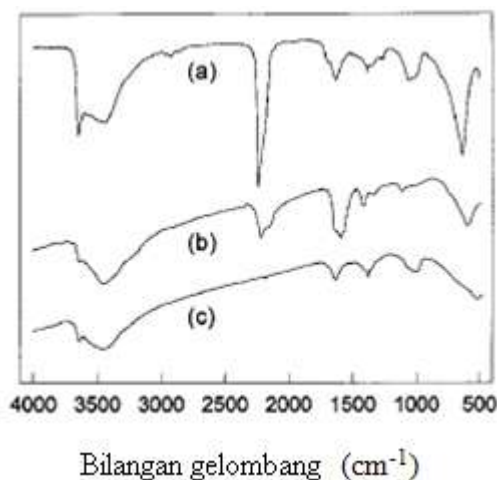
Teori Fourier didasarkan pada fungsi matematika yaitu nilai plot dari x dan y dari gelombang sin dan cos, perhitungan matematika dari Fourier transform dapat digunakan untuk menghitung posisi dari gelombang sin dan cos sebagai nilai fungsi. Dan nilai fungsi tersebut dipengaruhi juga dari sinar laser yang berasal dari detektor setelah sinar tersebut melalui interferometer (Gambar 2.2) diteruskan menuju interferogram (Gambar 2.3), dan sumber sinarnya digunakan sinar laser sehingga ada hubungan antara pergerakan dari interferogram dengan puncak dari spektrum, ketika transformasi Fourier diaplikasikan maka akan menghasilkan fungsi X , interferogram merupakan plot antara intensitas sinar laser dengan perbedaan pola optik dengan satuan cm, ketika interferogram merupakan plot intensitas sinar laser dengan cm^{-1} seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4. Perubahan interferogram menjadi spektrum.

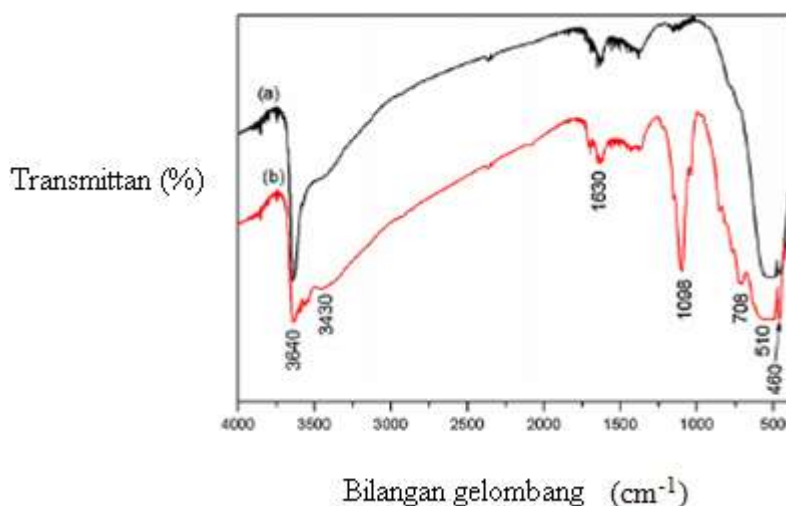
Galo dkk., pada tahun 1999 melakukan sintesis nikel hidroksida menggunakan metode mekanisme presipitasi alkalisasi homogen. Gambar 2.5 adalah spektra FTIR dari bubuk $[\text{Ni(II)}]_0 = 5,4 \cdot 10^{-3} \text{ mol.dm}^{-3}$ dengan berbagai kondisi, yaitu (a) 180 menit pada 343 K; (b) 5 menit pada 423 K; (c) 30 menit pada 423 K. Puncak pada 3650 dan 3400 cm^{-1} masing-masing menunjukkan stretching dan vibrasi dari gugus O-H. Adanya gugus O-H tersebut menunjukkan molekul air yang terletak di *interlamellar* dari struktur $\alpha\text{-Ni-(OH)}_2$. Puncak pada daerah 2250 cm^{-1} menandakan vibrasi dari anion O-CN. Serapan pada daerah 1600 dan 1430 cm^{-1} menunjukkan gugus karbonil (C=O) double bidentat dan

monodentat dari ion karbonat dalam Cs simetri. Vibrasi δ O-H ditunjukkan pada puncak pada daerah 680 cm^{-1} .



Gambar 2.5. FTIR dari sintesis nikel hidroksida menggunakan metode mekanisme presipitasi alkalisasi homogen. (Galo dkk., 1999).

Khan dkk., 2011 mendapatkan nanostruktur Ni(OH)₂ dengan metode hidrotermal pada variasi pH. Spektra FTIR produk sintesis pada pH 10,5 dan 11 ditunjukkan pada Gambar 2.6.



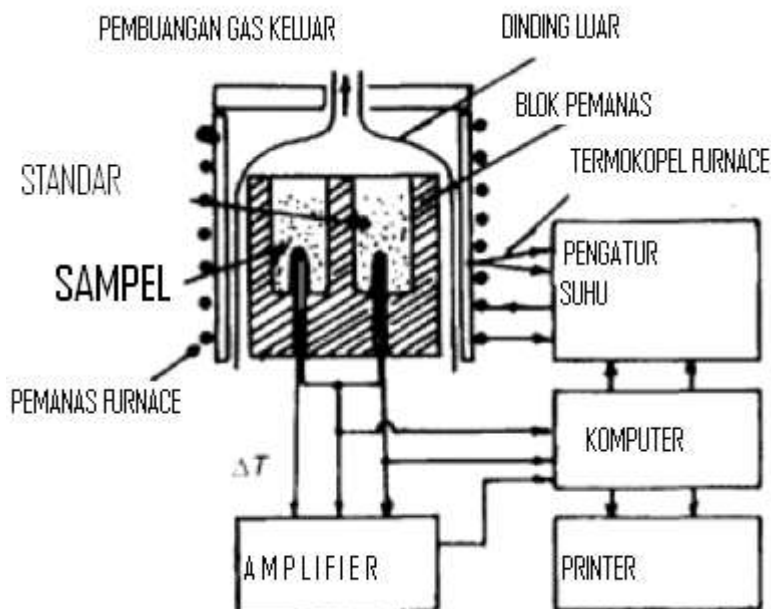
Gambar 2.6. FTIR Ni(OH)₂ hasil sintesis pada pH 10,5 (a) dan 11 (b). (Khan dkk., 2011).

Dari gambar terdapat puncak pada 460 dan 510 cm^{-1} menunjukkan stretching dari Ni-O dan vibrasi bending dari Ni-O-H. Gugus O-H yang merupakan karakteristik terbentuknya nikel hidroksida muncul pada daerah 3640

dan 3430 cm^{-1} . Puncak serapan pada daerah 1630 cm^{-1} menunjukkan air. Sedangkan puncak pada daerah 1100 dan 710 cm^{-1} merupakan campuran dari HSO_4^- dan SO_4^{2-} pada pH 10,5.

2.4.2. Karakterisasi dengan DTA/TGA (Differential Thermal Analysis/ Thermo Gravimetri Analysis)

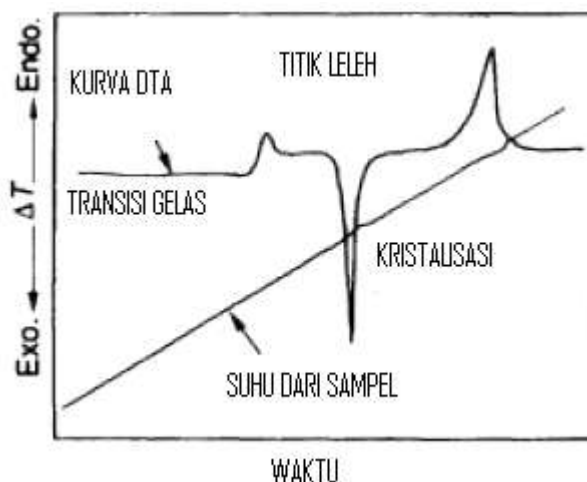
Differential Thermal Analysis (DTA) digunakan untuk menjelaskan perubahan struktur dari sampel sebagai fungsi dari suhu. Struktur sederhana dari alat DTA ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7. Skema Alat DTA (Differential Thermal Analysis).

Sampel diletakkan di tengah tanur. Satu tempat untuk sampel dan satunya lagi untuk material standar, dimana yang biasa digunakan adalah α -alumina. Standar yang digunakan dalam DTA tidak dapat bereaksi dengan bahan lain. Termokopel digunakan untuk mengetahui perbedaan suhu antara sampel dengan standar dan dikontrol menggunakan program. Ketika sampel sudah mulai panas, suhu dari standar dan dari sampel meningkat secara keseluruhan. Suhu dari tanur digunakan sebagai fungsi dari waktu. Jika sampel mengalami perubahan fasa maka energi terpancarkan, sehingga perbedaan suhu antara sampel

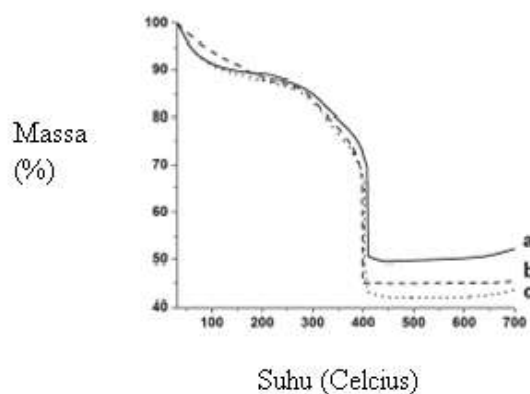
dan standar dapat terdeteksi. Kalibrasi suhu material standar diperlukan, dimana transisi suhu dapat dikarakterisasi dan sama dengan transisi dengan suhu dari sampel. Transisi dari suhu dapat dijelaskan melalui kurva DTA, tetapi transisi entalpi tidak dapat dijelaskan karena tidak semua tingkat perbedaan suhu dari sampel adalah seragam. *Thermogravimetry analysis* (TGA) adalah salah satu pengukuran yang mengamati perubahan massa di dalam material sebagai fungsi suhu atau perubahan suhu digunakan sebagai laju panas. *Thermal gravimetri* terdiri dari *microbalance* yang terletak di dalam tanur. Komputer merekam perubahan massa yang hilang. Berat sampel dialurkan sebagai fungsi waktu dan suhu dialurkan sebagai konstan laju pemanasan, teknik tersebut sangat berguna untuk memonitor perubahan panas dan komponen dari massa yang hilang (contoh oli, plastik atau polimer).



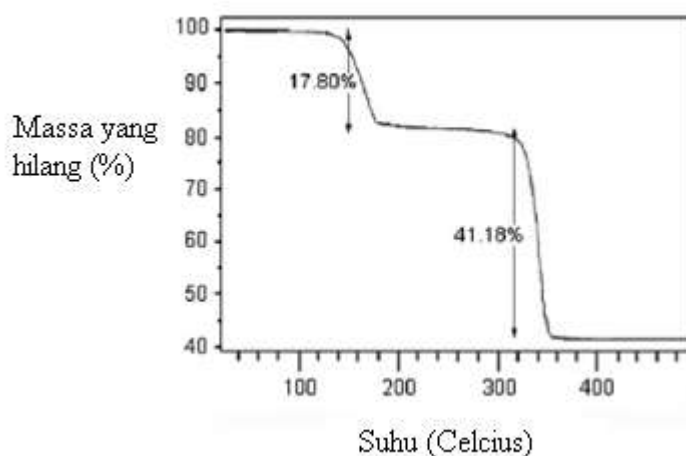
Gambar 2. 8. Kurva perubahan suhu sebagai fungsi dari waktu.

Gambar 2.8 menjelaskan perubahan suhu dari sampel sebagai fungsi dari waktu, membentuk garis linier. Kurva DTA menunjukkan perubahan fasa, dengan adanya puncak ke bawah mengindikasikan terjadinya reaksi eksoterm dan puncak ke atas mengindikasikan adanya reaksi endoterm. Neiva dkk., 2014 melakukan sintesis nanopartikel nikel dengan *polyvinylpyrrolidone* (PVP) menggunakan metode polyol. Tiga variabel Ni/NaBH₄ digunakan dengan rasio molar Ni-1/4; Ni-1/8; Ni-1/12. Produk sintesis dianalisa menggunakan DTA /TGA, dimana hasil

analisa tersebut ditunjukkan pada Gambar 2.9. Terlihat pada Gambar 2.9, pada suhu di bawah 250 °C terjadi penurunan persen massa. Hal ini dikarenakan massa air menguap dan terjadi dekomposisi dari etilen glikol. Pada suhu antara 250 dan 450 °C menunjukkan adanya oksidasi dari PVP.



Gambar 2. 9. DTA/TGA dari sintesis nanopartikel nikel dengan metode polyol.

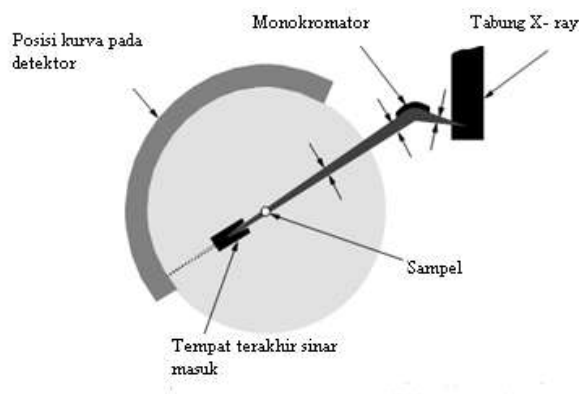


Gambar 2. 10. TGA dari nikel oksalat

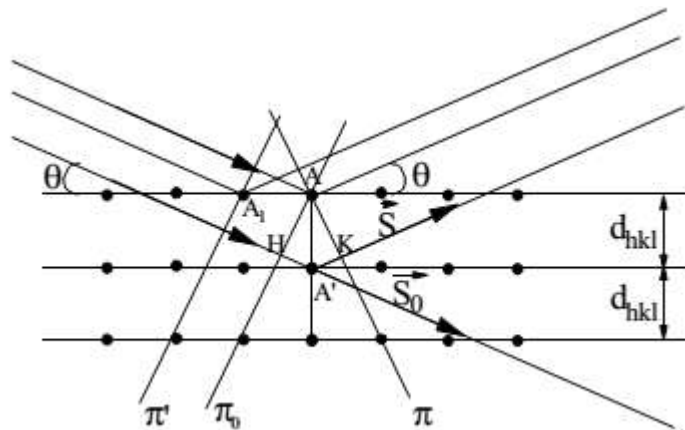
Pada tahun 2008, Masoud., dkk membuat NiO dari bahan nikel oksalat $[\text{Ni}(\text{O}_4\text{C}_2)(\text{H}_2\text{O})_4]$ dan oleamin ($\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{N}$) dengan kombinasi trifenol fosfin ($\text{C}_{18}\text{H}_{15}\text{P}$) dan $\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{N}$. $\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{N}$ ditambahkan sebagai surfaktan untuk mengontrol ukuran partikel. Karakterisasi dengan TGA menunjukkan kurva penurunan dari suhu awal 0 °C hingga suhu 400 °C (Gambar 2.10). Terlihat dari

Gambar 2.10 ada dua kurva penurunan berat. Penurunan yang pertama pada suhu 110–190 °C dimana terjadi evaporasi air kristal kehilangan massa sebanyak 17,80 % dari massa mula-mula, penurunan yang kedua terjadi pada suhu 210–370 °C yang disebabkan dekomposisi dari oksalat, kehilangan berat sebanyak 41,80 % dari berat mula-mula.

2.4.3. Karakterisasi dengan XRD (X-Ray Diffraction)



Gambar 2. 11. Skema alat XRD



Gambar 2.12. Interferensi dari gelombang yang dipancarkan atom di dalam kristal geometrical yang diilustrasikan dengan Hukum Braggs.

X-Ray Diffraction (XRD) digunakan untuk memperoleh informasi kualitatif tentang struktur kristal. Skema alat dari XRD ditunjukkan pada Gambar 2.11. Cara kerja dari XRD sesuai dengan ilustrasi dari hukum Braggs yang

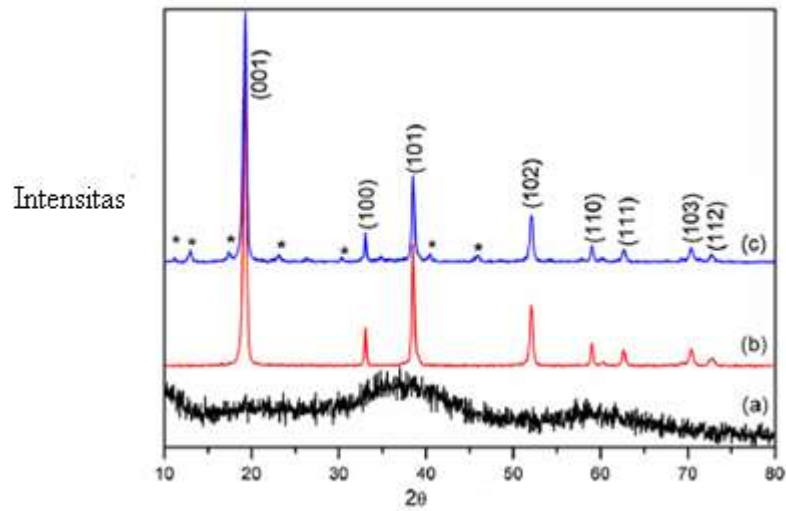
ditunjukkan pada Gambar 2.12. Bidang datar (hkl) dikarakterisasi dengan jarak interplannar (d_{hkl}) dan irradiasi pada sudut θ dengan sinar monokromatik dari X-rays. Jika ukuran kristal sangat kecil maka setiap atom dari kristal diletakkan di dalam sinar dengan intensitas gelombang yang konstan dan berpencah, sehingga amplitudo dan intensitas dapat dihitung. Dari gelombang yang berpencah pada bidang datar disebut π dimana tegak lurus dengan arah gelombang intensitas yang dinamakan π_0 , karena difraksi yang memiliki garis edar yang berbeda antara bidang datar π_0 dan π dapat menyebabkan berbagai macam gelombang. Posisi atom pada bidang datar dimana garis antara dua gelombang π' dan π dari gelombang yang dipantulkan atom yang disebut A dan A1 dimana sama dengan sudut antara bidang datar atom dengan sinar yang dipantulkan. Hubungan antara Hukum Braggs dengan persamaan intensitas inti dari radio kristalografi. Hal ini menunjukkan bagaimana hubungan antara jarak interplannar pada kristal yang dapat dihitung dengan difraksi dari sudut (Persamaan 2.2 dan Persamaan 2.3).

$$\frac{n\lambda}{2d} < 1 \rightarrow d > \frac{\lambda}{2} \quad (2.2)$$

$$n\lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta \quad (2.3)$$

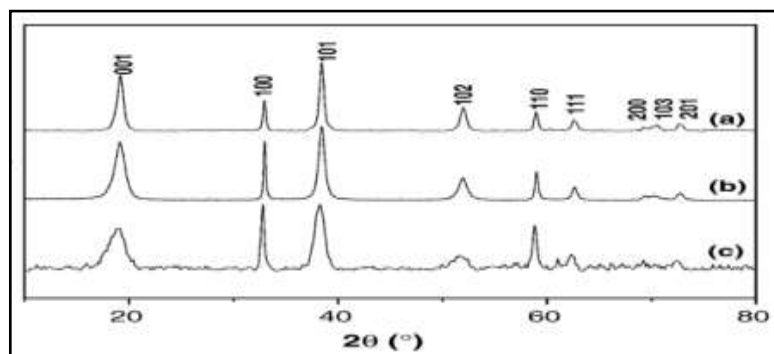
Dimana n adalah orde difraksi, d adalah jarak interplannar dari gelombang X – Ray.

Khan dkk., 2011 memperoleh produk sintesis Ni(OH)_2 dengan metode hidrotermal dengan pola difraktogram yang ditunjukkan pada Gambar 2.13. Gambar 2.13a menunjukkan sampel sebelum dilakukan hidrotermal yang ditunjukkan garis amorf. Gambar 2.13b menunjukkan sampel setelah dilakukan metode hidrotermal, dimana terbentuk kristal heksagonal. Hal tersebut sesuai dengan standar (JCPDS No. 14-0117). Gambar 2.13c menunjukkan gabungan dua fase dari $\text{Ni(SO}_4\text{)}_{0.3}\text{(OH)}_{1.4}$ dengan $\beta\text{Ni(OH)}_2$.



Gambar 2.13. Difraktogram $\text{Ni}(\text{OH})_2$ sintetik secara hidrotermal pada pH 10,5 dan 11. (Khan dkk., 2011).

Hasil analisa XRD dari sampel $\text{Ni}(\text{OH})_2$ dengan metode ko-presipitasi oleh Yan dkk., (2006) ditunjukkan pada Gambar 2.14. Gambar 2.14a menunjukkan $\text{Ni}(\text{OH})_2$ tanpa penambahan surfaktan. Gambar 2.14b menunjukkan $\text{Ni}(\text{OH})_2$ dengan penambahan surfaktan PEG 400. Pola difraktogram pada kedua gambar tersebut menunjukkan terbentuknya kristal heksagonal yang sesuai dengan standart. Gambar 2.14c menunjukkan $\text{Ni}(\text{OH})_2$ dengan penambahan surfaktan tween 80 yang menghasilkan garis amorf.



Gambar 2.14. Hasil XRD dari $\text{Ni}(\text{OH})_2$ dengan metode ko-presipitasi. (Yan, 2006).

2.4.4. Karakterisasi dengan UV-Visible

Dalam metode spektrofotometri sinar ultraviolet dan sinar tampak (UV-Vis) ini, alat yang digunakan disebut dengan Spektrofotometer UV-Vis.

Komponen untuk spektrofotometer UV-Vis terdiri dari sumber cahaya yang berasal dari lampu deuterium maupun wolfram. Cahaya yang bersifat polikromatis tersebut diteruskan melalui lensa menuju ke monokromator pada spektrofotometer dan filter cahaya pada fotometer. Monokromator kemudian akan mengubah cahaya polikromatis menjadi cahaya monokromatis (tunggal). Berkas-berkas cahaya dengan panjang gelombang tertentu kemudian akan dilewatkan pada sampel yang mengandung suatu zat dalam konsentrasi tertentu. Oleh karena itu, terdapat cahaya yang diserap (di absorpsi) dan ada pula yang dilewatkan. Cahaya yang melewati sampel ini kemudian diterima oleh detektor. Detektor kemudian akan menghitung cahaya yang diterima dan mengetahui cahaya yang diserap oleh sampel. Cahaya yang diserap sebanding dengan konsentrasi zat yang terkandung dalam sampel. Penjelasan dari macam komponen spektrofotometer UV-Vis adalah:

a) Sumber cahaya

Sumber cahaya pada spektrofotometer harus memiliki pancaran radiasi yang stabil dan intensitas yang tinggi. Sumber cahaya pada spektrofotometer UV-Vis ada 2 macam yaitu:

- **Lampu Tungsten (Wolfram)**
Lampu ini digunakan untuk mengukur sampel pada daerah tampak (visible). Bentuk lampu ini mirip dengan bola lampu pijar biasa. Lampu ini memiliki panjang gelombang antara 350-2200 nm. Umumnya lampu wolfram ini memiliki waktu 1000 jam pemakaian.
- **Lampu Deuterium (Hidrogen)**
Lampu ini biasanya dipakai pada panjang gelombang 190-380 nm. dan digunakan untuk mengukur sampel yang terletak pada daerah uv. Lampu deuterium ini memiliki waktu 500 jam pemakaian.

b) Monokromator

Monokromator berfungsi untuk merubah sinar polikromatis menjadi sinar monokromatis sesuai yang dibutuhkan untuk pengukuran. Ada 2 macam monokromator yaitu:

- Prisma

Pada bagian ini, radiasi elektromagnetik akan dispersikan sebesar mungkin supaya didapatkan resolusi yang baik dari radiasi polikromatis.

- Grating (kisi difraksi)

Kisi difraksi memberi keuntungan lebih bagi proses spektroskopi. Dispersi sinar akan disebarkan merata, dengan pendispersi yang sama, hasil dispersi akan lebih baik. Selain itu, kisi difraksi dapat digunakan dalam seluruh jangkauan spektrum.

Bagian dari monokromator yang lain adalah celah tipis dan filter. Celah tipis digunakan untuk mengarahkan sinar monokromatis yang diharapkan dari sumber radiasi. Apabila celah berada pada posisi yang tepat, maka radiasi akan dirotasikan melalui prisma, sehingga diperoleh panjang gelombang yang diharapkan. Sedangkan filter berfungsi untuk menyerap warna komplementer sehingga cahaya yang diteruskan merupakan cahaya berwarna yang sesuai dengan panjang gelombang yang dipilih.

c) Detektor

Detektor akan menangkap sinar yang diteruskan oleh larutan. Sinar kemudian diubah menjadi sinyal listrik oleh foto sel amplifier dan dalam rekorder sehingga dapat ditampilkan dalam bentuk angka-angka pada komputer. Detektor dapat memberikan respons terhadap radiasi pada berbagai panjang gelombang.

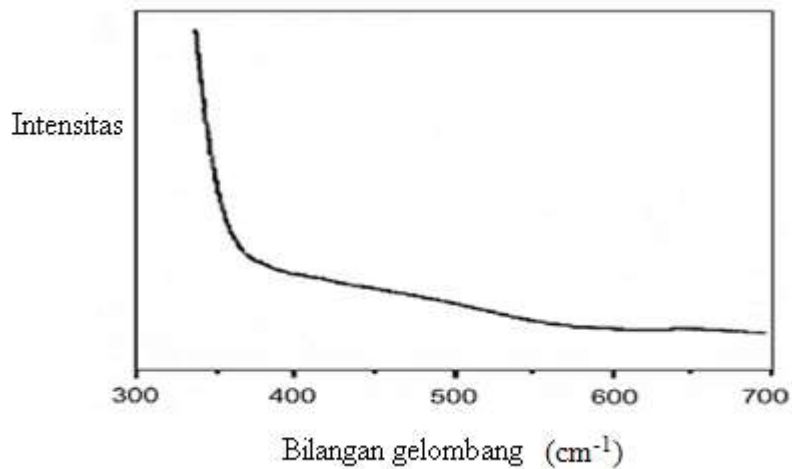
d) Kuvet

Kuvet merupakan wadah dimana sampel akan diletakkan untuk proses pengukuran. Kuvet biasanya tidak berwarna (bening) sehingga dapat mentransmisikan semua cahaya. Kuvet sering terbuat dari kwarsa agar tahan dan tidak bereaksi dengan bahan-bahan kimia yang ada pada sampel larutan.

e) Recorder

Recorder merupakan sistem baca yang memperagakan isyarat listrik, dan menyatakannya dalam bentuk % transmittan maupun absorbansi. Di dalam recorder, signal akan direkam sebagai spektrum yang berbentuk puncak-puncak. Spektrum absorpsi merupakan plot antara absorbansi sebagai ordinat dan panjang gelombang sebagai absis (Skoog, 1980).

Masoud Salavati-Niasari., dkk. (2008) mensintesis NiO menggunakan nikel oksalat $[\text{Ni}(\text{O}_4\text{C}_2)(\text{H}_2\text{O})_4]$ dan oleylamine ($\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{N}$). Metode ini juga menggunakan bahan *triphenylphosphine* ($\text{C}_{18}\text{H}_{15}\text{P}$) dan $\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{N}$. Karakterisasi dengan UV-Vis menunjukkan puncak panjang gelombang pada 365 nm yang menandakan transisi elektron ikatan dari n ke π^* , π ke π^* dari Ni^{2+} menjadi NiO (Gambar 2.17).



Gambar 2.15. Spektroskopi UV-Vis nanopartikel NiO yang terdispersi dalam etanol.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1. Alat dan bahan

3.1.1. Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi peralatan gelas, neraca analitik Ohaus, catu daya, spatula, pemanas (*hot plate*), penjepit buaya, kuvet, beaker glass 500 mL, magnetik stirer, labu ukur, pipet ukur, gelas ukur, corong, kabel *heat shrink*, mikropipet, kaca arloji, oven Thermo Scientific, Alat Sentrifuse, pH meter Oakton, kertas amplas silikon karbida dengan grade 1200, spektrofotometer UV-Vis Genesys 10S, XRD Philips X' Pert MPD (*Multi Purpose Diffractometer*), spektrofotometer Fourier Transform Infrared (FTIR) Shimadzu, dan HR-TEM test (*High Resolution Transmission Electron Microscope*) JEOL JM140m.

3.1.2. Bahan

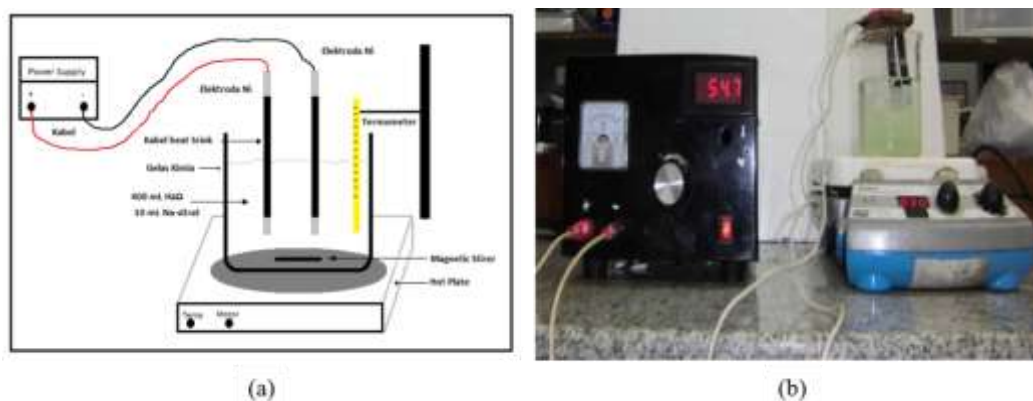
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, lempengan nikel (diameter 1 cm, panjang sekitar 7,5 cm), aqua DM (Brataco), natrium sitrat dihidrat 99,5% ($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$, Sigma-Aldrich), surfaktan CTAB (*Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide*, Sigma-Aldrich).

3.2. Prosedur kerja

3.2.1. Sintesis nanopartikel Ni(OH)₂

Pada sintesis nanopartikel Ni(OH)₂ ini, digunakan seperangkat sel elektrolisis dengan 2 lempeng nikel sebagai katoda dan anoda. Sebelum dilakukan proses sintesis, ujung logam nikel di anoda dan katoda dibersihkan dengan kertas amplas silikon karbida dengan grade 1200. Selanjutnya, pada bagian tengah dari logam nikel dibungkus dengan kertas *shrink gate*. Zat pereduksi yang digunakan pada sintesis ini adalah natrium sitrat. 10 mL larutan natrium sitrat 0,1 M ditambahkan ke dalam 400 mL air yang sedang mendidih dan diaduk menggunakan magnetik stirrer. Besar tegangan yang digunakan diatur dan kemudian ditekan tombol *on* pada *power supply*. Pengaruh penambahan natrium

sitrat dilakukan pada variasi konsentrasi 0,2 M; 0,3 M; 0,4 M dan 0,5 M, sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air yang sedang mendidih. Sedangkan, variasi tegangan yang diberikan adalah dari 10 V, 15 V, 20 V, 25 V, 30 V, 40 V, 45 V dan 55 V. Proses sintesis ini membutuhkan waktu selama 30 menit dan ditetapkan dalam keadaan air mendidih. Pembentukan nanopartikel Ni(OH)₂ ditandai dengan perubahan warna pada larutan, yaitu dari tidak berwarna menjadi hijau muda kemudian bertambah pekat. Endapan yang dihasilkan dipisahkan dari larutannya dengan menggunakan sentrifuse. Endapan tersebut kemudian dikeringkan dalam oven bersuhu 80 °C. Endapan kering yang diperoleh, selanjutnya dilakukan karakterisasi. Susunan sel pada proses elektrokimia ini ditunjukkan pada Gambar 3.1.



Gambar 3. 1. (a) Skema sel elektrolisis sintesis partikel nano Ni(OH)₂ dan (b) Alat sel elektrolisis sintesis partikel nano Ni(OH)₂.

3.2.2. Penambahan surfaktan

Pengaruh penambahan surfaktan pada proses sintesis nanopartikel Ni(OH)₂ juga dipelajari pada penelitian ini. Surfaktan yang digunakan dalam penelitian ini adalah CTAB (*Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide*). Penelitian dilakukan menggunakan kondisi optimum dari hasil sintesis dengan reaksi elektrokimia. CTAB 0,05 M sebanyak 1 mL ditambahkan ke dalam larutan nanopartikel nikel hidroksida bersamaan dengan penambahan natrium sitrat.

3.2.3. Karakterisasi nanopartikel (NiO)_x

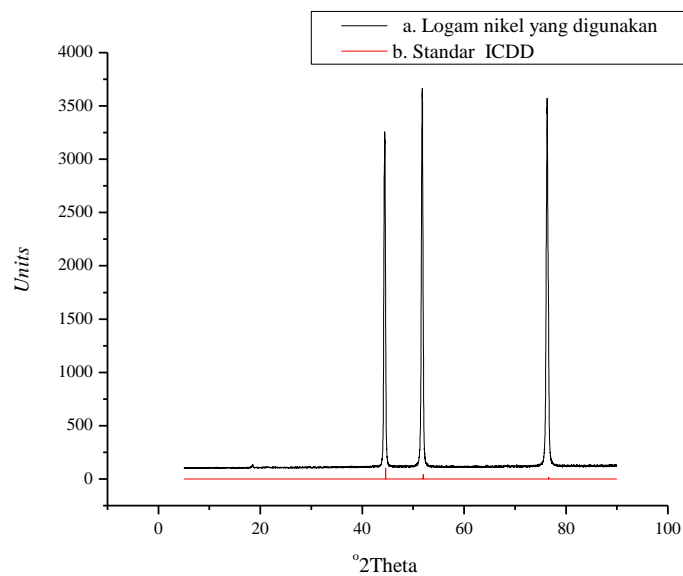
Dispersi nanopartikel Ni(OH)₂ yang diperoleh pada berbagai kondisi sintesis tersebut selanjutnya dikarakterisasi dengan UV-Vis untuk mengetahui panjang gelombang yang dihasilkan, selanjutnya sistem dispersi nanopartikel Ni(OH)₂ diletakkan dalam tabung reaksi kemudian disentrifuse dengan kecepatan 600 rpm selama 1 jam, koloid yang dihasilkan diletakkan di atas cawan. Koloid tersebut dikeringkan menggunakan oven selama 1 hari pada suhu 80 °C untuk menghilangkan kandungan uap air. Identifikasi produk dan perubahan struktur dilakukan dengan metode XRD. Analisa XRD dilakukan dengan radiasi Cu K α ($\lambda = 0.15418$ nm), pada 40 kV dan 40 mA setiap 0,02° (2 θ). Pola difraksi yang diperoleh, dibandingkan dengan pola difraksi ICDD (*International Centre for Diffraction Data*). Kristalinitas ditentukan dari intensitas puncak. Analisa gugus fungsi dalam endapan nanopartikel nikel hasil sintesis dilakukan dengan metode FTIR. Ukuran dari nanopartikel nikel yang didapatkan selanjutnya diamati secara visual dengan SEM dan TEM.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Sintesis nanopartikel nikel hidroksida

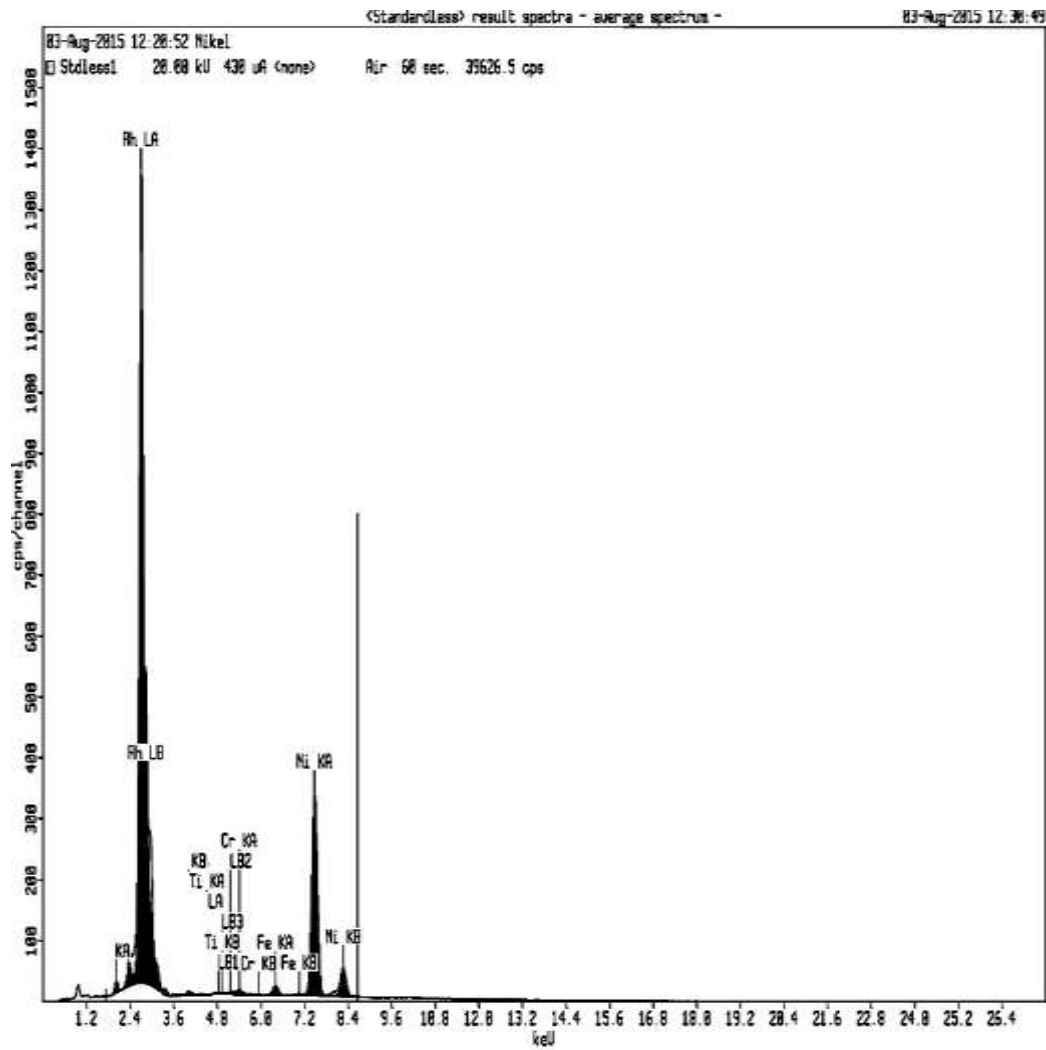
Dua plat nikel berdimensi 10 mm x 75 mm dengan ketebalan 1 mm masing-masing dipersiapkan sebagai anoda dan katoda pada proses sintesis. Sebelum elektroda digunakan untuk sintesis, dilakukan uji XRD dan XRF terlebih dahulu untuk mengetahui diffraktogram awal dari logam nikel yang digunakan. Diffraktogram menunjukkan 3 puncak pada 2 theta 44,68; 51,73 dan 76,47 (Gambar 4.1a). Hal ini sesuai dengan standar nikel ICDD (*International Center of Diffraction Data* no 00004-0850) (Gambar 4.1b). Hasil analisa XRF ditunjukkan pada Gambar 4.2. Berdasarkan Tabel 4.1, kandungan nikel dalam logam nikel dari PT Inco yang digunakan adalah sebesar 97,4% (Tabel 4.1).



Gambar 4.1. Hasil XRD logam nikel (a), dan standar logam nikel (b)

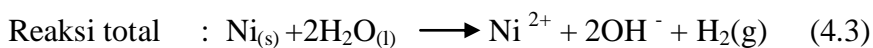
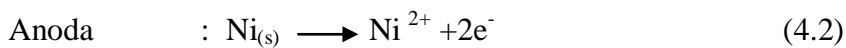
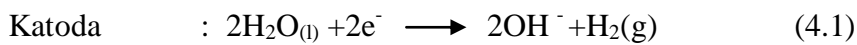
Tabel 4. 1. Komposisi logam nikel dari hasil XRF.

| Komposisi | % jumlah |
|-----------|-------------|
| Ti | 0,3+/-0,4 |
| Cr | 0.7+/-0,36 |
| Fe | 1.6+/-0,5 |
| Ni | 97,4+/-10,3 |

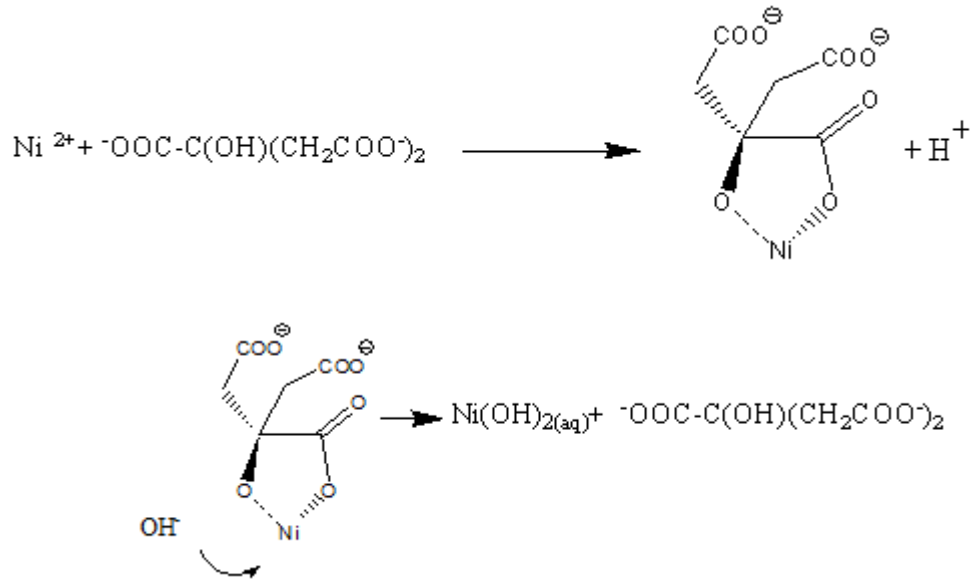


Gambar 4. 2. Hasil XRF logam Nikel.

Sintesis nanopartikel nikel hidroksida pada penelitian ini dilakukan dengan metode elektrolisis, dimana dua elektroda nikel digunakan sebagai anoda dan katoda. Natrium sitrat digunakan sebagai larutan elektrolit. Reaksi yang terjadi pada sintesis nanopartikel Ni(OH)₂ ditunjukkan pada persamaan 4.1 hingga 4.3.



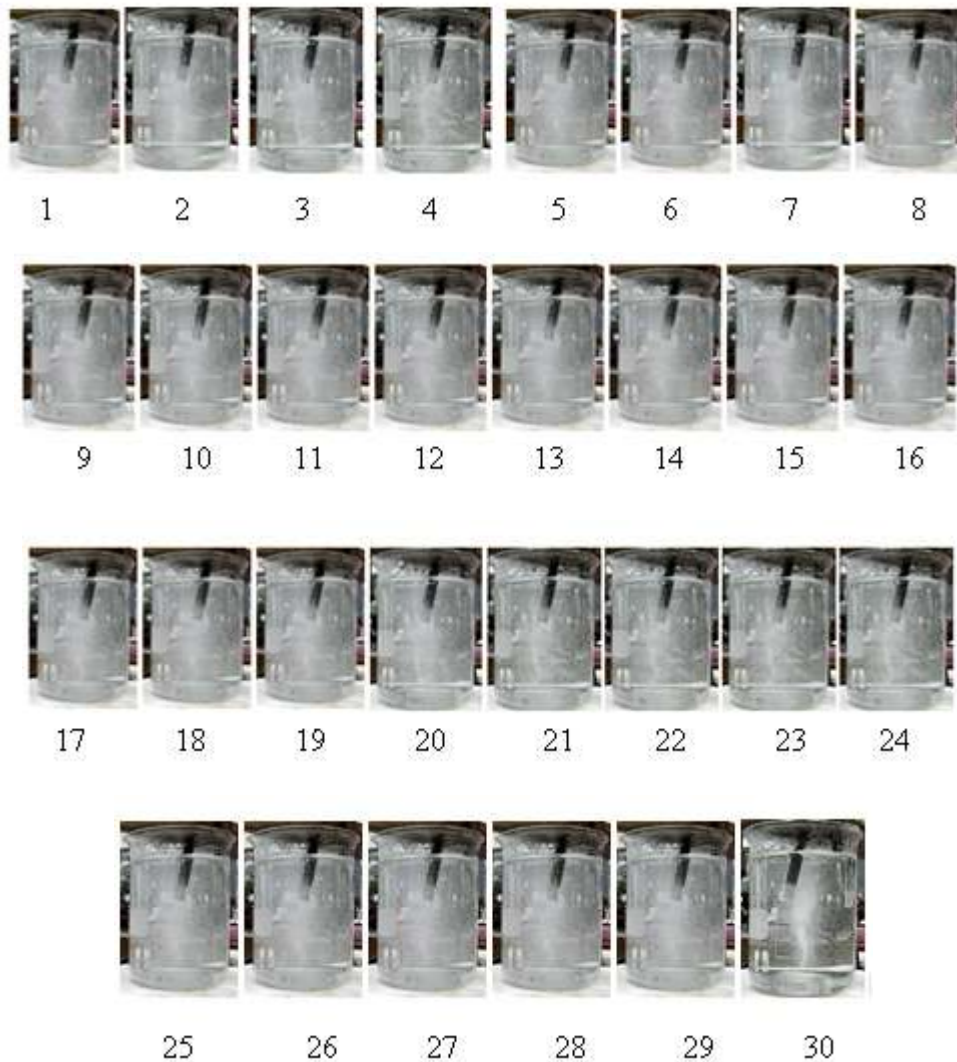
Pendekatan mekanisme reaksi untuk sintesis nanopartikel nikel dari batang logam adalah seperti pada persamaan 4.4.



(4.4)

4.2. Pengaruh konsentrasi natrium sitrat pada sintesis nanopartikel nikel hidroksida

Pengaruh natrium sitrat diamati pada percobaan ini. Variasi konsentrasi yang digunakan adalah 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 dan 0,5 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada tegangan konstan 55V. Percobaan tanpa penambahan natrium sitrat hingga sintesis selama 30 menit tidak terbentuk nanopartikel nikel hidroksida dengan indikator tidak terjadi perubahan warna pada larutan (Gambar 4.3). Selain itu, massa logam nikel yang terlarut sangat kecil, yaitu sekitar 0,0046 g. Hasil pengamatan UV-VIS menunjukkan absorbansi yang dihasilkan sangat rendah (pada panjang gelombang 387 nm nilai absorbansinya 0,06).



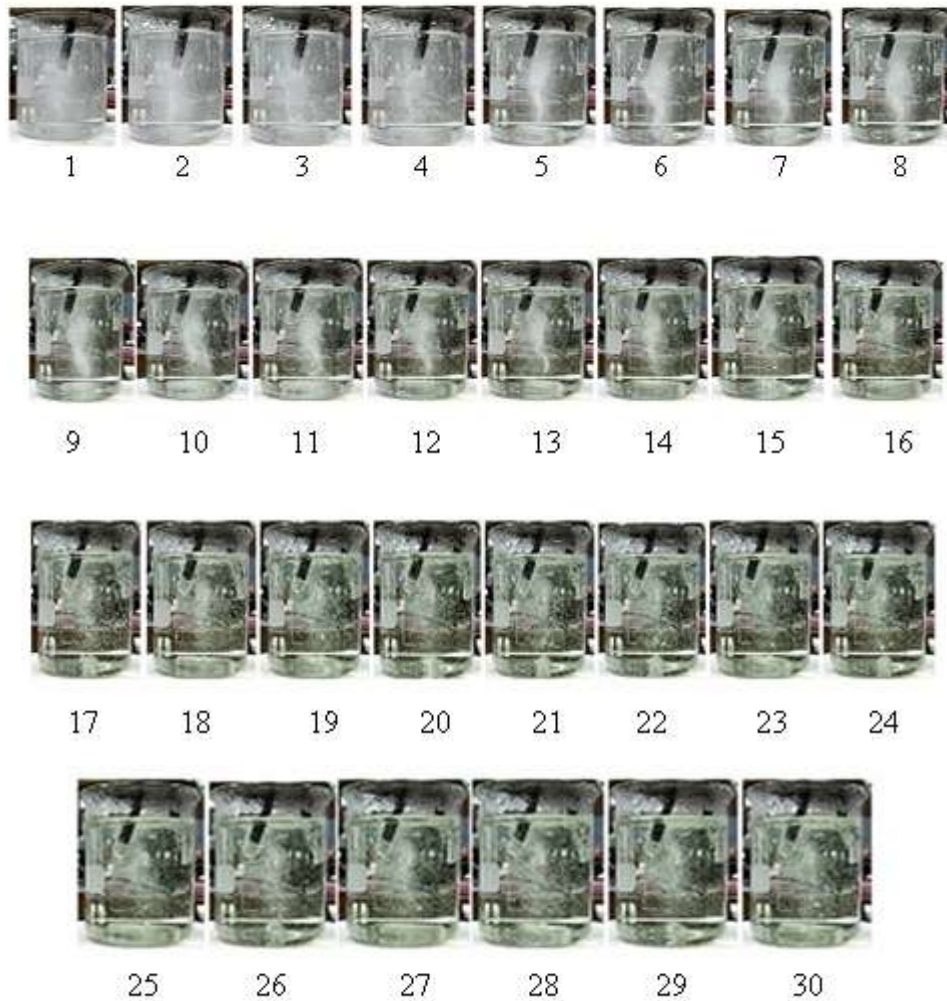
Gambar 4.3. Warna larutan saat proses elektrolisis tanpa penambahan natrium sitrat pada potensial 55 V selama 30 menit.

Reaksi pembentukan nanopartikel Ni(OH)_2 dapat diamati dari perubahan warna yang terjadi pada larutan (Wu dkk., 2009). Warna larutan berubah dari tak berwarna menjadi hijau. Kepekatan warna larutan menandakan semakin banyaknya partikel nano Ni(OH)_2 yang terbentuk dalam larutan tersebut.

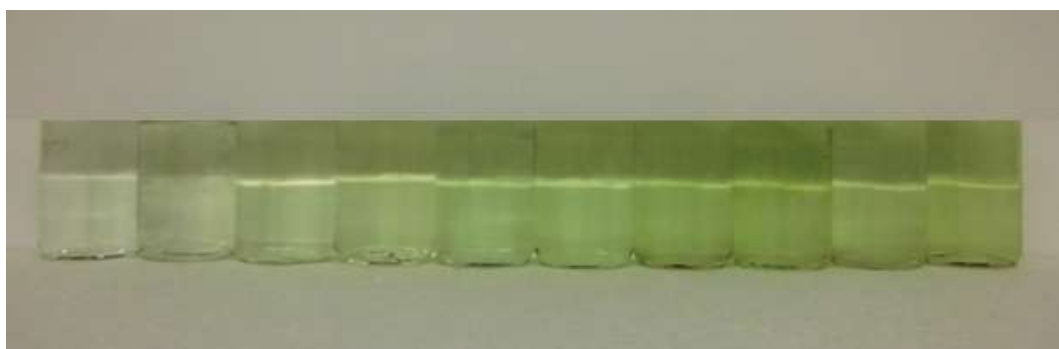
Natrium sitrat bertindak sebagai larutan elektrolit, dimana reaksi mulai terjadi saat penambahan natrium sitrat. Selain itu, natrium sitrat juga bertindak sebagai zat penyeimbang (stabilizator), dimana natrium sitrat dapat mencegah timbulnya endapan selama proses elektrokimia berlangsung (Kumar dkk., 2007). Pada proses elektrolisis ini, terjadi reaksi oksidasi pada anoda, dimana logam

nikel yang semula tidak bermuatan (Ni^0) menjadi nikel yang bermuatan (Ni^{2+}) yang larut. Pada katoda terjadi reaksi reduksi air menjadi gas H_2 dan menghasilkan OH^- . Pembentukan gas tersebut ditandai dengan munculnya gelembung gas pada katoda selama reaksi berlangsung.

Penambahan natrium sitrat dari konsentrasi 0,1 sampai 0,5 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V menyebabkan terjadinya perubahan warna. Perubahan warna dari tidak berwarna menjadi hijau muda semakin nampak pada saat 0 menit sampai dengan 30 menit dengan menggunakan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M (Gambar 4.4). Gambar 4.5 menunjukkan adanya perubahan warna yang disebabkan variasi potensial dari 10 V sampai 55 V pada konsentrasi natrium sitrat 0,3 M. Semakin tinggi potensial yang digunakan maka warna hijau yang dihasilkan semakin terang. Hal ini disebabkan karena semakin banyaknya massa logam yang terlarut pada potensial tinggi.



Gambar 4.4. Perubahan warna yang terjadi ketika disintesis pada saat 1 menit sampai dengan 30 menit.



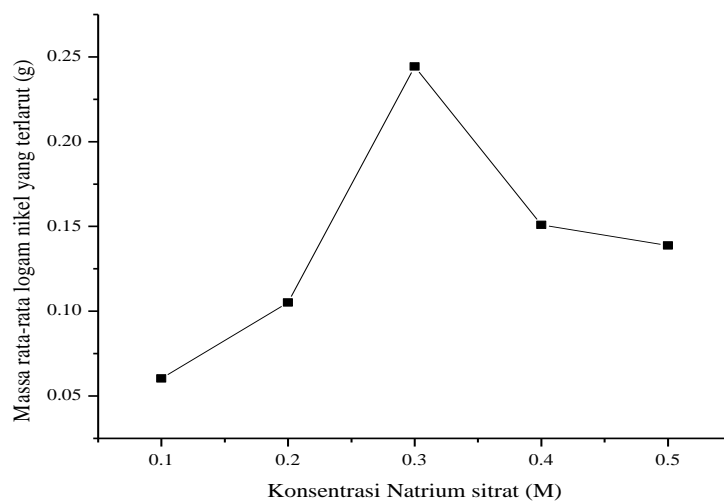
Gambar 4.5. Larutan hasil dari proses elektrolisis pada potensial 10V, 15V, 20V, 25V, 30 V, 40V, 45V, 50V, dan 55V dari kiri ke kanan selama 30 menit dengan menggunakan natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air

Tabel 4.2 menunjukkan nilai rata-rata dari banyaknya logam nikel yang terlarut dari empat kali proses sintesis. Berdasarkan data pada Tabel 4.2 tersebut terlihat bahwa massa logam yang paling banyak terlarut adalah pada penambahan natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air. Hal ini menunjukkan bahwa logam nikel bereaksi optimum dengan natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air. Semakin banyak massa logam yang terlarut maka semakin besar pula nanopartikel yang terbentuk.

Tabel 4.2. Massa rata-rata logam nikel yang terlarut menjadi dispersi nanopartikel nikel hidroksida pada berbagai konsentrasi natrium sitrat pada potensial 55 V

| Konsentrasi Natrium sitrat (M) | Massa rata-rata logam nikel yang terlarut (g) |
|--------------------------------|---|
| 0,0024 | 0,06035 |
| 0,0048 | 0,10515 |
| 0,0073 | 0,24427 |
| 0,0097 | 0,15090 |
| 0,0121 | 0,13872 |

Dari hasil percobaan sintesis menggunakan variasi natrium sitrat 0,0024 sampai 0,0121 M untuk lebih memperjelas maka dibuat grafik massa rata-rata logam nikel yang terlarut dalam dispersi pada variasi konsentrasi natrium sitrat ditunjukkan pada Gambar 4.6.

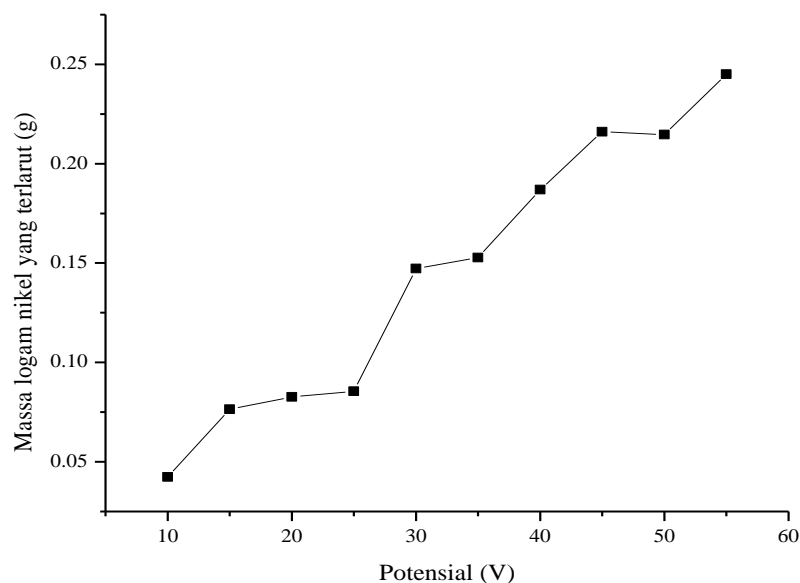


Gambar 4.6. Grafik massa rata-rata logam nikel yang terlarut dalam dispersi pada berbagai konsentrasi natrium sitrat dan potensial 55 V.

Tabel 4.3. Massa logam nikel yang terlarut menjadi larutan nanopartikel nikel hidroksida pada konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 10 V sampai 55 V

| Potensial (V) | Massa Nikel yang terlarut (g) |
|---------------|-------------------------------|
| 10 | 0,0424 |
| 15 | 0,0764 |
| 20 | 0,0827 |
| 25 | 0,0855 |
| 30 | 0,1473 |
| 35 | 0,1528 |
| 40 | 0,1869 |
| 45 | 0,216 |
| 50 | 0,2146 |
| 55 | 0,245 |

Tabel 4.3 menunjukkan nilai logam nikel yang terlarut dari satu kali sintesis dengan menggunakan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 10 sampai 55 V. Kesimpulan yang diperoleh dari data Tabel 4.3 adalah semakin tinggi potensial yang digunakan maka semakin banyak logam nikel yang terlarut. Data tersebut menunjukkan bahwa potensial sangat berpengaruh terhadap jumlah nanopartikel yang dihasilkan. Semakin tinggi potensial yang diberikan maka logam nikel semakin bereaksi optimum dengan natrium sitrat, sehingga semakin banyak massa logam terlarut dan membentuk nanopartikel nikel hidroksida. Arus listrik yang dihasilkan pada potensial 10 V dimana kehilangan massa 0,0424 g sebesar 0,0775 A, pada potensial 55 V dimana kehilangan massa 0,245 g arus yang dihasilkan sebesar 0,223 A, maka semakin tinggi potensial maka arus yang dihasilkan semakin besar. Pengaruh potensial yang diberikan ditunjukkan pada Gambar 4.7.

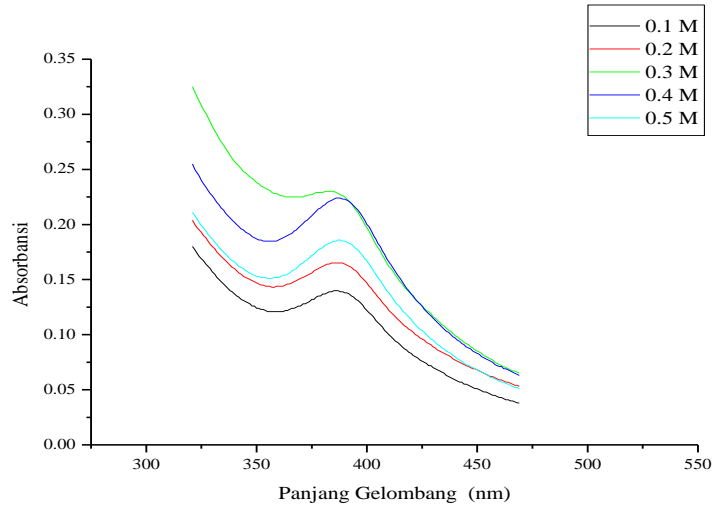


Gambar 4.7. Massa logam nikel yang terlarut dalam larutan nikel sitrat pada konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 10 V sampai 55 V

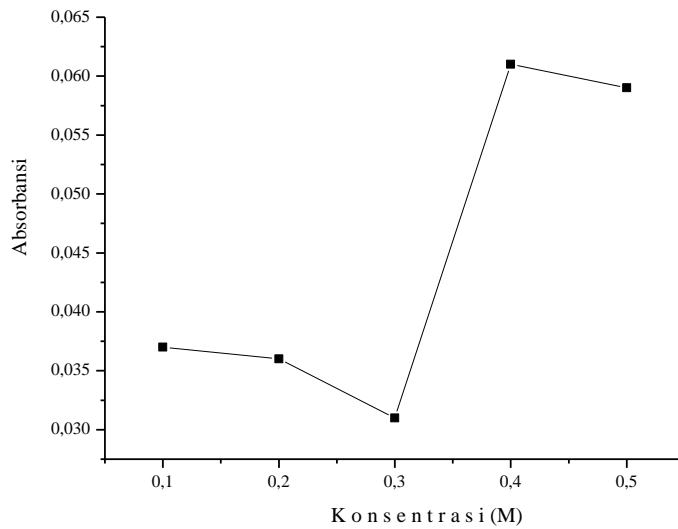
4.2. Karakterisasi nanopartikel nikel hidroksida

Dispersi nanopartikel nikel hidroksida yang diperoleh dari sintesis pada variasi konsentrasi natrium sitrat diukur dengan spektroskopi UV-Vis untuk mengetahui nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum (λ_{\max}). Gambar 4.8 menunjukkan spektra UV-Vis dari larutan hasil proses elektrolisis dengan natrium sitrat 0,1 M sampai 0,5 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air pada potensial 55 V selama 30 menit. Nanopartikel nikel hidroksida dalam air memberikan warna hijau muda keruh karena adanya eksitasi dari vibrasi permukaan plasmon dalam nanopartikel nikel. Reduksi ion nikel menjadi nanopartikel nikel oleh natrium sitrat dapat diamati dari perubahan warna yang terjadi, dengan demikian dapat diukur dengan spektroskopi UV-vis. Terlihat pada Gambar 4.8 bahwa puncak panjang gelombang tidak bergeser selama reaksi ($\lambda = 387$ nm), sehingga dapat ditentukan konsentrasi nanopartikel nikel berdasarkan nilai absorbansinya. Nilai (λ_{\max}) dari hasil pengukuran UV-Vis pada larutan dengan konsentrasi 0,1 hingga 0,5 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke

dalam 400 mL air, disajikan pada Tabel 4.4. Nilai absorbansi dari larutan hasil sintesis pada panjang gelombang maksimum ditunjukkan pada Tabel 4.5



Gambar 4.8. Spektrum UV-Vis hasil dari proses elektrolisis dengan natrium sitrat 0,1 M sampai 0,5 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V selama 30 menit



Gambar 4.9. Absorbansi sebagai fungsi dari konsentrasi natrium sitrat 0,1 M sampai 0,5 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V selama 30 menit

Tabel 4.4. Data nilai (λ_{\max}) hasil pengukuran UV-Vis dari proses elektrolisis yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 hingga 0,5 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V

| Sintesis ke- | Konsentrasi natrium sitrat (M) | | | | |
|--------------|--------------------------------|-----|-----|-----|-----|
| | 0,1 | 0,2 | 0,3 | 0,4 | 0,5 |
| 1 | 387 | 387 | 387 | 387 | 388 |
| 2 | 387 | 388 | 387 | 387 | 388 |
| 3 | 387 | 387 | 387 | 387 | 387 |
| 4 | 387 | 387 | 387 | 387 | 387 |

Tabel 4.5. Data nilai absorbansi pada ($\lambda_{\max}=387$) hasil pengukuran UV-Vis dari proses elektrolisis yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 hingga 0,5 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V.

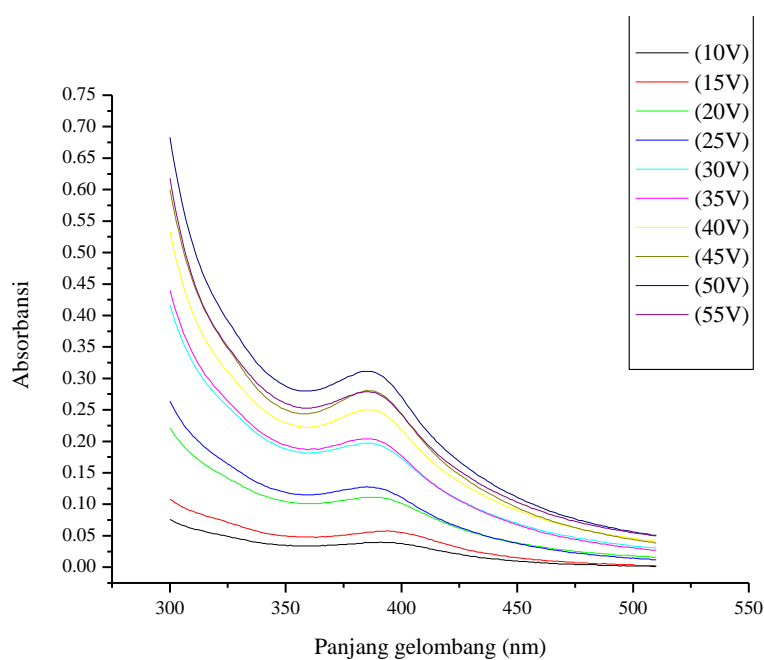
| | Konsentrasi natrium sitrat (M) | | | | |
|---|--------------------------------|-------|-------|-------|-------|
| | 0,1 | 0,2 | 0,3 | 0,4 | 0,5 |
| 1 | 0,204 | 0,14 | 0,108 | 0,126 | 0,106 |
| 2 | 0,056 | 0,147 | 0,102 | 0,141 | 0,22 |
| 3 | 0,088 | 0,171 | 0,197 | 0,149 | 0,153 |
| 4 | 0,139 | 0,165 | 0,227 | 0,186 | 0,224 |

Tabel 4.6. Data nilai % Transmittan pada ($\lambda_{\max}=387$) hasil pengukuran UV-Vis dari proses elektrolisis yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 hingga 0,5 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V.

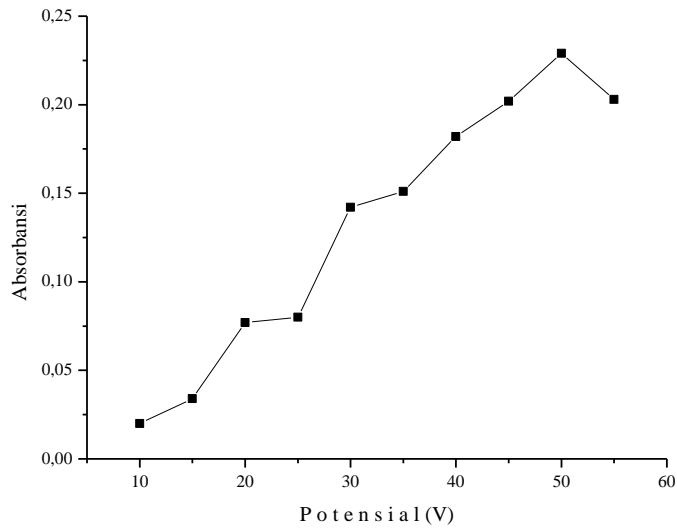
| | Konsentrasi natrium sitrat (M) | | | | |
|---|--------------------------------|-------|-------|-------|-------|
| | 0,1 | 0,2 | 0,3 | 0,4 | 0,5 |
| 1 | 62,52 | 72,44 | 77,98 | 74,82 | 78,34 |
| 2 | 87,90 | 71,29 | 79,07 | 72,28 | 60,26 |
| 3 | 81,66 | 67,45 | 63,53 | 70,96 | 70,31 |
| 4 | 72,61 | 70,30 | 59,29 | 65,16 | 59,70 |

Inti yang terbentuk terlalu banyak pada penambahan natrium sitrat 0,5 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, di waktu yang bersamaan dan potensial permukaan partikel tidak dapat mencegah terjadinya

agglomerasi. Walaupun partikel utama mengalami reduksi dari larutan yang tidak stabil dan mengalami perkembangan menjadi partikel yang lebih besar karena koagulasi. Hal ini menunjukkan monodispersi dari nanopartikel nikel hidroksida. Pengaturan konsentrasi natrium sitrat sangat diperlukan untuk mendapatkan hasil nanopartikel yang terbaik. Dalam kasus ini konsentrasi 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air memberikan hasil yang terbaik. Perubahan potensial yang diberikan pada proses elektrolisis menghasilkan nanopartikel nikel hidroksida yang terbentuk memiliki puncak absorbansi yang berbeda. Semakin tinggi potensial yang diberikan dapat menaikkan puncak absorbansi dari nanopartikel nikel hidroksida. Nilai absorbansi secara keseluruhan dari sintesis nanopartikel nikel hidroksida pada berbagai potensial dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air disajikan pada Tabel 4.6.



Gambar 4.10. Spektrum UV-Vis dari proses elektrolisis dengan natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air pada potensial 10 V sampai 55 V selama 30 menit



Gambar 4.11. Absorbansi sebagai fungsi dari konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air pada potensial 10 V sampai 55 V selama 30 menit

Tabel 4.6. Data nilai absorbansi pada ($\lambda_{max}= 387nm$) hasil pengukuran UV-Vis dari proses elektrolisis yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air pada potensial 10-55 V

| Potensial (V) | A | % T |
|---------------|-------|-------|
| 10 | 0,039 | 91,41 |
| 15 | 0,056 | 87,90 |
| 20 | 0,111 | 77,45 |
| 25 | 0,127 | 74,65 |
| 30 | 0,197 | 63,53 |
| 35 | 0,204 | 62,52 |
| 40 | 0,25 | 56,23 |
| 45 | 0,278 | 52,72 |
| 50 | 0,28 | 52,48 |
| 55 | 0,311 | 48,87 |

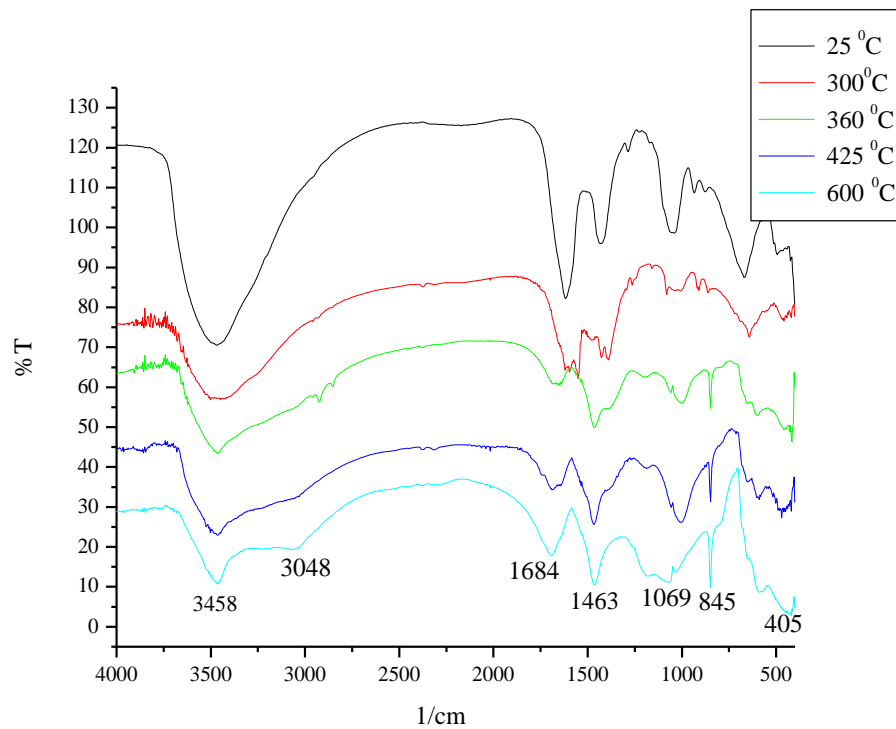
Perbedaan antara morfologi dan ukuran partikel disebabkan oleh perbedaan konsentrasi natrium sitrat dan variasi potensial yang diberikan. Hal ini dijelaskan dari reaksi pada nukleus dan diketahui dari diameter ukuran partikel yang semakin meningkat dengan meningkatnya konsentrasi natrium sitrat dan potensial yang diberikan. Perubahan potensial pada proses elektrolisis menghasilkan nanopartikel nikel dengan puncak absorbansi yang berbeda. Semakin tinggi potensial yang diberikan maka puncak absorbansi nanopartikel nikel juga semakin besar (Gambar 4.9). Berdasarkan hasil dan pembahasan tersebut, maka dapat dibuat suatu kesimpulan bahwa nikel dapat disintesis dari logamnya dengan gabungan metode elektrokimia dan dengan menggunakan natrium sitrat. Metode ini menghasilkan nanopartikel nikel hidroksida dengan bentuk agak bulat. Konsentrasi natrium sitrat yang digunakan juga berpengaruh terhadap jumlah dan ukuran nanopartikel. Larutan nanopartikel nikel hidroksida yang telah diperoleh, dikeringkan dengan oven pada suhu 80 °C. Proses pengeringan tersebut menghasilkan serbuk nanopartikel nikel hidroksida (Gambar 4.12). Serbuk nikel oksida diperoleh setelah dilakukan kalsinasi hingga suhu 600 °C (Gambar 4.13). Kedua serbuk tersebut kemudian dianalisa menggunakan FTIR dan DTA/TGA untuk mengidentifikasi komponennya dan perubahan massa yang hilang.



Gambar 4.12. Serbuk nikel sitrat yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air pada potensial 55 V, massa yang didapatkan sebanyak 0,3985 g



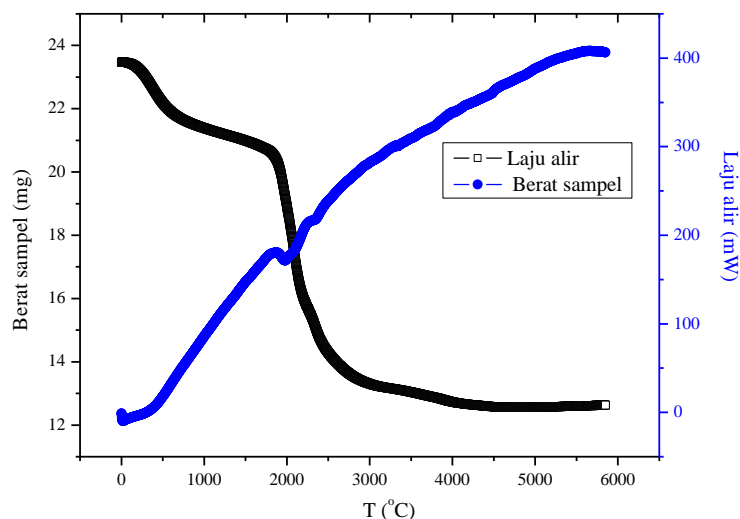
Gambar 4.13. Serbuk nikel oksida setelah dikalsinasi pada suhu 600 °C, massa yang didapatkan sebanyak 0,1879 g



Gambar 4.14. Spektrum FTIR nanopartikel nikel dari proses elektrolisis dengan natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air pada potensial 55 V selama 30 menit

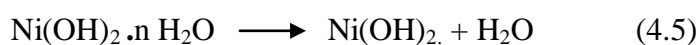
Serbuk nanopartikel nikel hidroksida hasil dari sintesis dilakukan variasi kalsinasi yaitu pada suhu 300, 360, 425, 600 °C, setelah dilakukan variasi

kalsinasi dilanjutkan dengan analisis FTIR untuk mengetahui perubahan gugus fungsinya. Untuk analisis dengan FTIR menunjukkan pada range 3458 dan 3048 cm^{-1} mengindikasikan ikatan O–H. Pada 1684 cm^{-1} terjadi bending vibrasi dari adsorpsi molekul air, sedangkan pada puncak disekitar 405 dan 582 cm^{-1} menunjukkan ikatan Ni–O dan Ni–O–H bending vibrasi (Khan dkk., 2011).

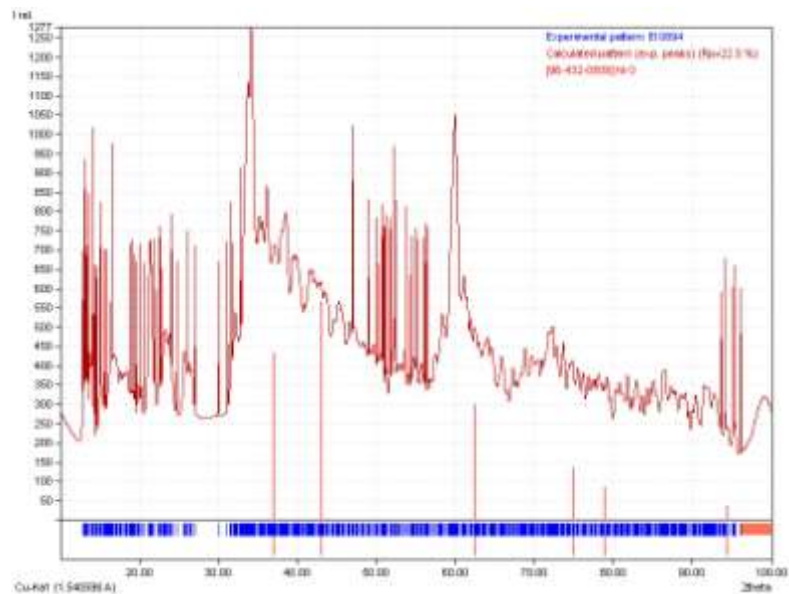


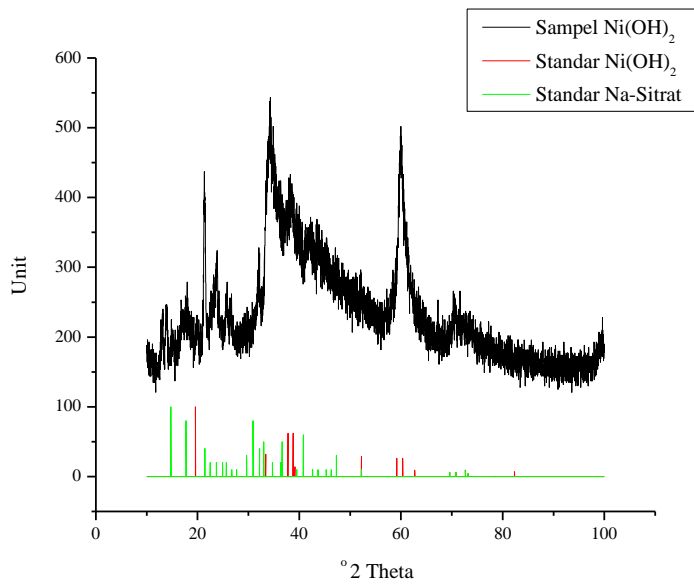
Gambar 4. 15. Differential Thermal Analysis dari dekomposisi Ni(OH)₂.

Mekanisme pembentukan nanopartikel nikel dapat diketahui dari uji analisis *Differential Thermal Analysis* (DTA). Berat yang hilang terhadap suhu ditunjukkan pada Gambar 4.15. Gambar 4.15. menunjukkan adanya penurunan massa ($m_1 = 4.8\%$) dari massa mula-mula sebesar 23,5 mg menjadi 22,359 mg. Penurunan tersebut dimulai pada suhu kurang dari 100 °C. Penurunan tersebut diperkirakan akibat dari desorpsi air yang terikat secara fisik pada permukaan partikel. Massa air yang hilang adalah sekitar 1,141 g. Massa telah berkurang ($m_2 = 11,99\%$) dari berat mula-mula pada suhu sekitar 322 °C. Hasil analisa XRD seperti pada Gambar 4.16 menunjukkan telah terbentuknya Ni(OH)₂ sesuai dengan standart ICDD (*International Centre for Diffraction Data*). Reaksi yang terjadi sesuai dengan persamaan 4.5.

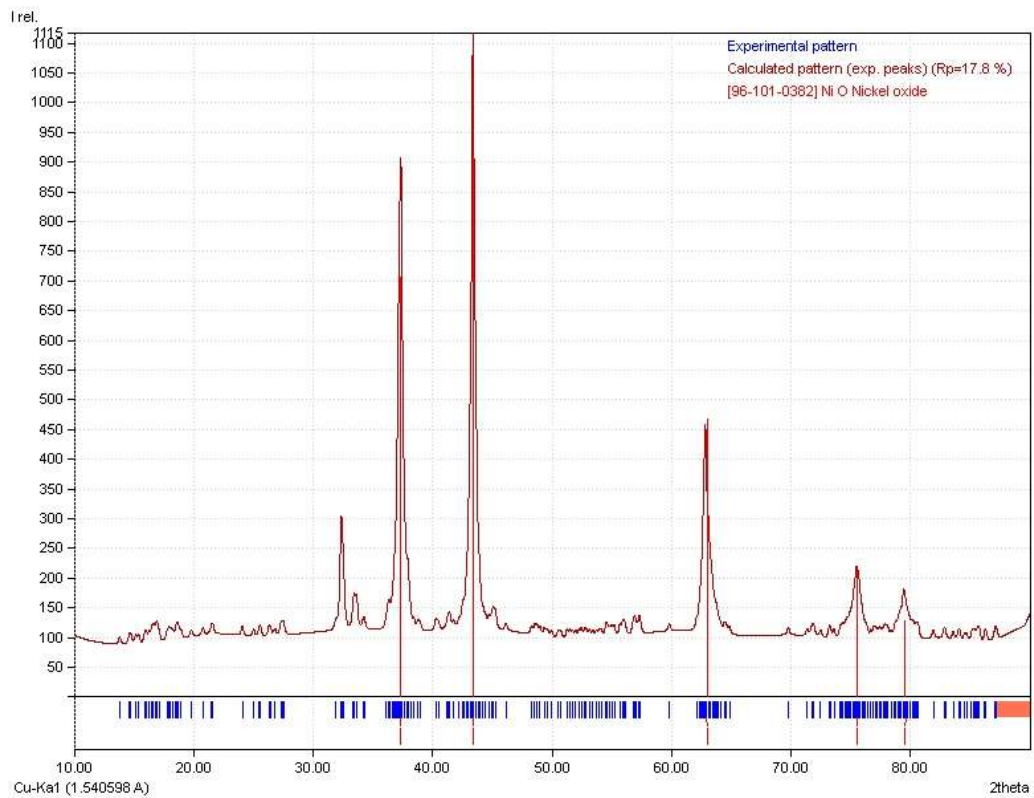


Penurunan massa yang tajam terjadi dari suhu 325°C hingga 425 °C. Penurunan pada suhu 325 °C terjadi dari 22,8776 mg menjadi 22,4579 mg ($m=0,4197$). Penurunan massa tersebut terjadi karena transisi gelas dari komponen (amorphous = tidak mempunyai bentuk seperti kristal) fase menjadi struktur monoklinik, yang ditandai dengan terdapatnya dua puncak endoterm pada suhu sekitar 350 °C dan terjadi lagi pada suhu 420 °C, kemudian pada suhu 425 °C sampai pada suhu 600 °C sudah mulai terbentuk NiO. Difraktogram nikel oksida pada suhu 600 °C ditunjukkan Gambar 4.16, sehingga, dekomposisi dari nikel hidroksida menjadi nikel oksida menunjukkan kehilangan berat sebesar 75% dari berat mula mula. Pada range suhu 600-900 °C tidak menunjukkan adanya penurunan massa.



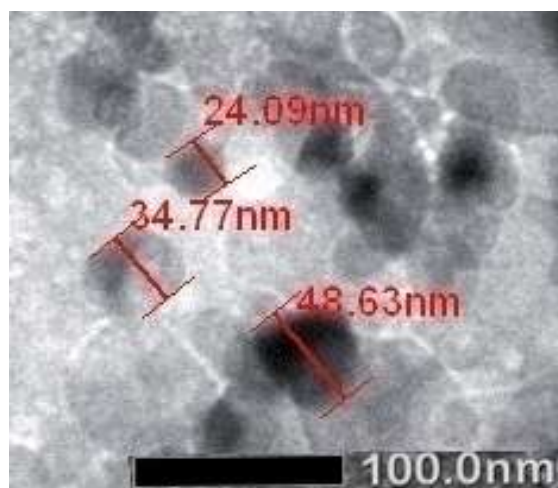
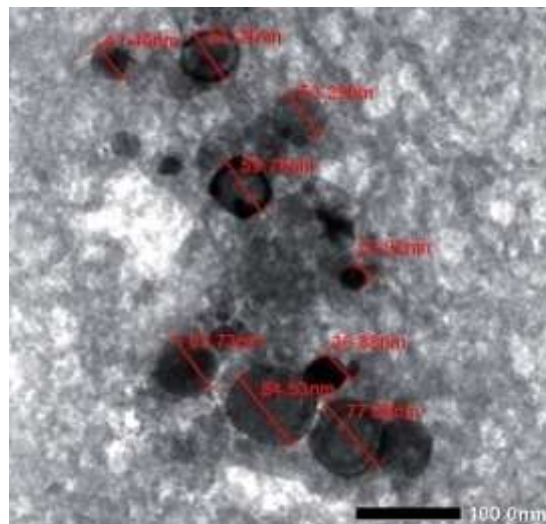


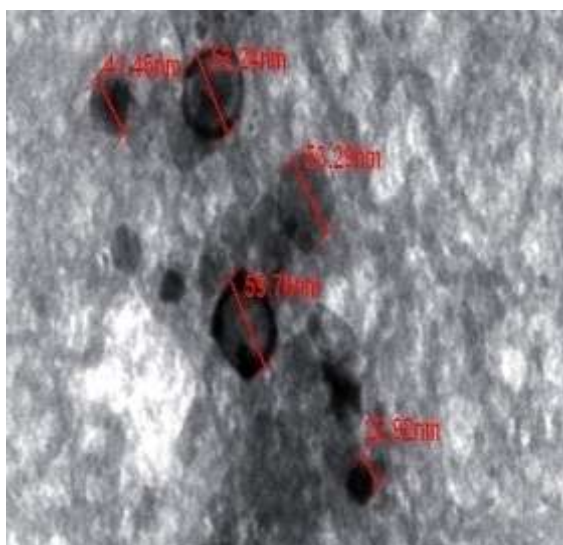
Gambar 4. 16. Diffraktogram XRD dari nikel hidroksida pada suhu 300 °C.



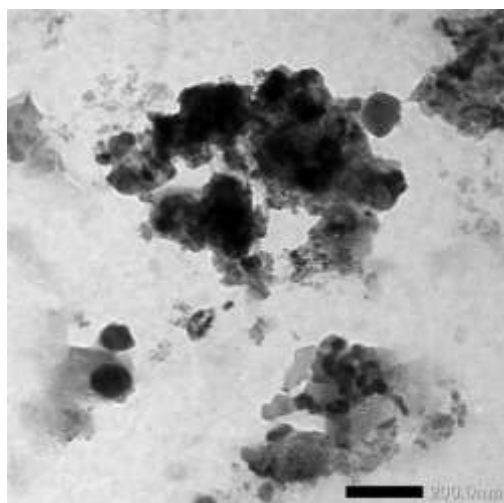
Gambar 4. 17. Diffraktogram XRD dari nikel oksida pada suhu 600 °C.

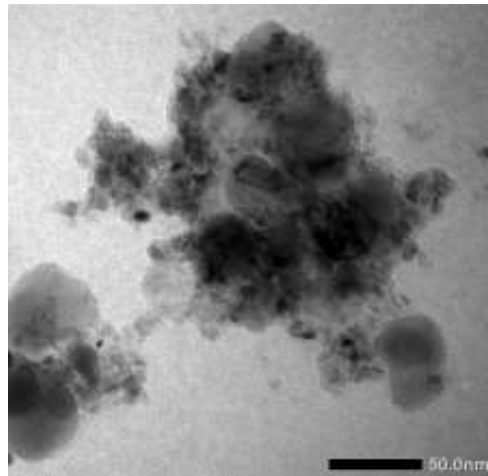
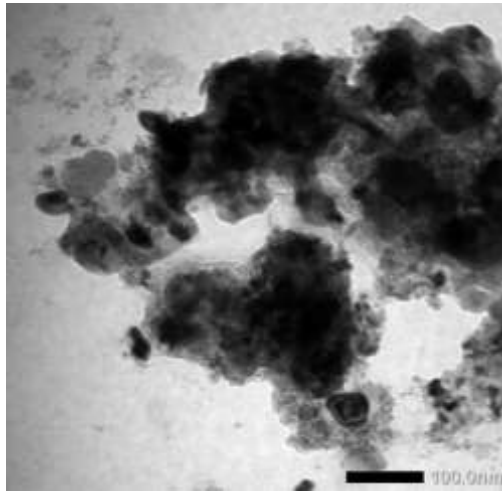
Nanopartikel nikel yang diperoleh dari proses elektrolisis dengan natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air pada potensial 55 V selama 30 menit adalah berbentuk *spherical* (bulat). Analisa bentuk nanopartikel tersebut merupakan hasil dari karakterisasi menggunakan TEM (Gambar 4.18). Berdasarkan kondisi sintesis, nanopartikel tersebut memiliki ukuran sekitar 24-74 nm, sebagaimana yang ditunjukkan pada Gambar 4.18.





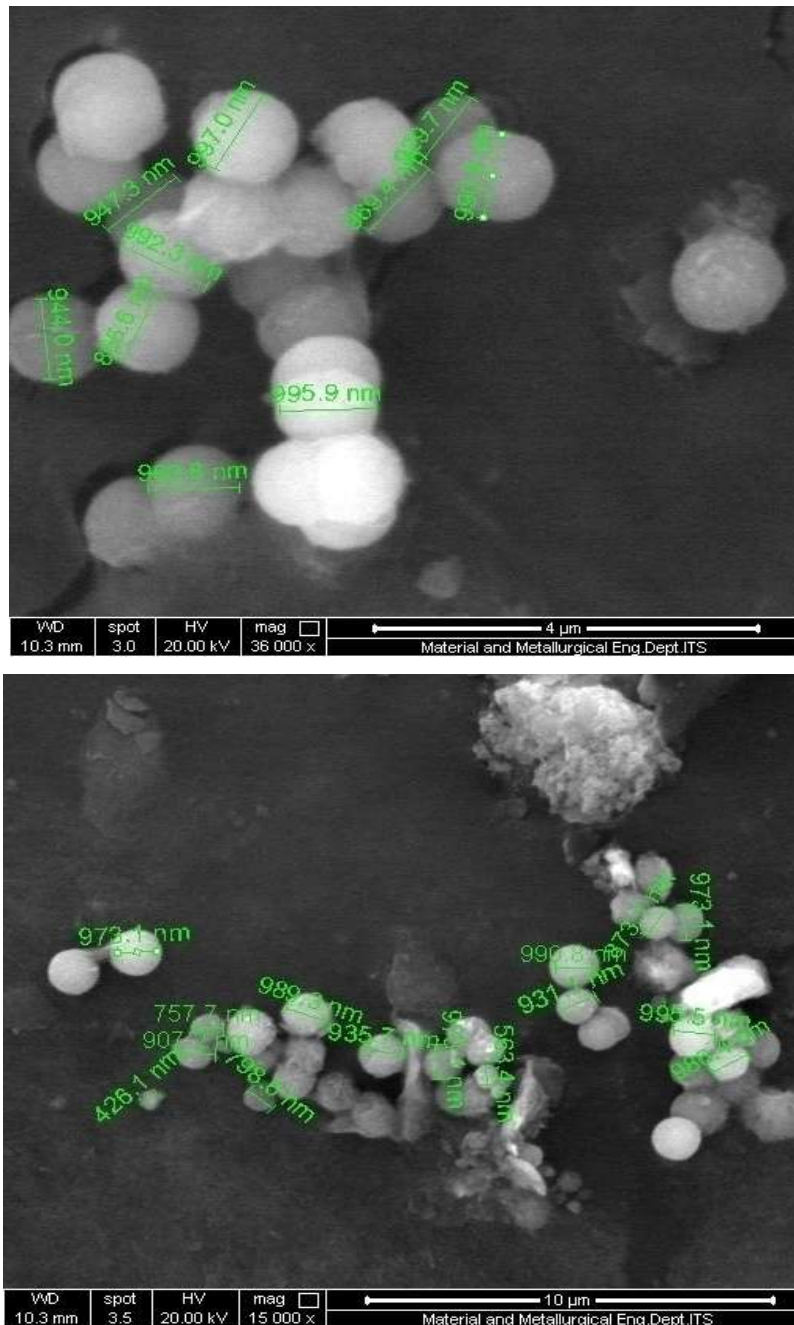
Gambar 4.18. Gambar TEM Nanopartikel Ni(OH)_2 yang diperoleh dari proses elektrolisis menggunakan natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air dengan potensial 55 V selama 30 menit



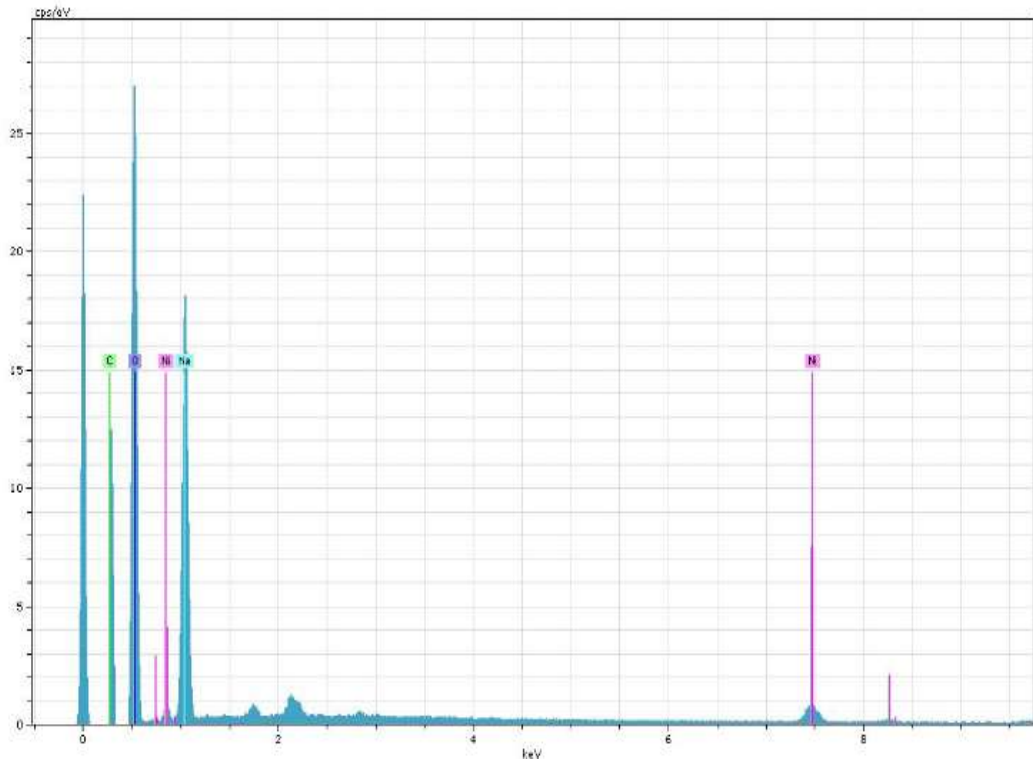
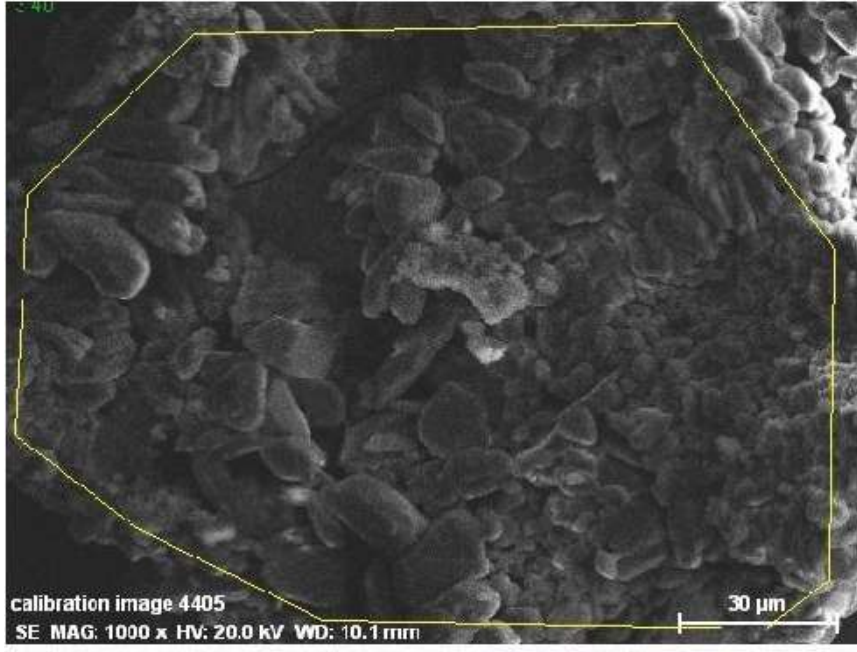


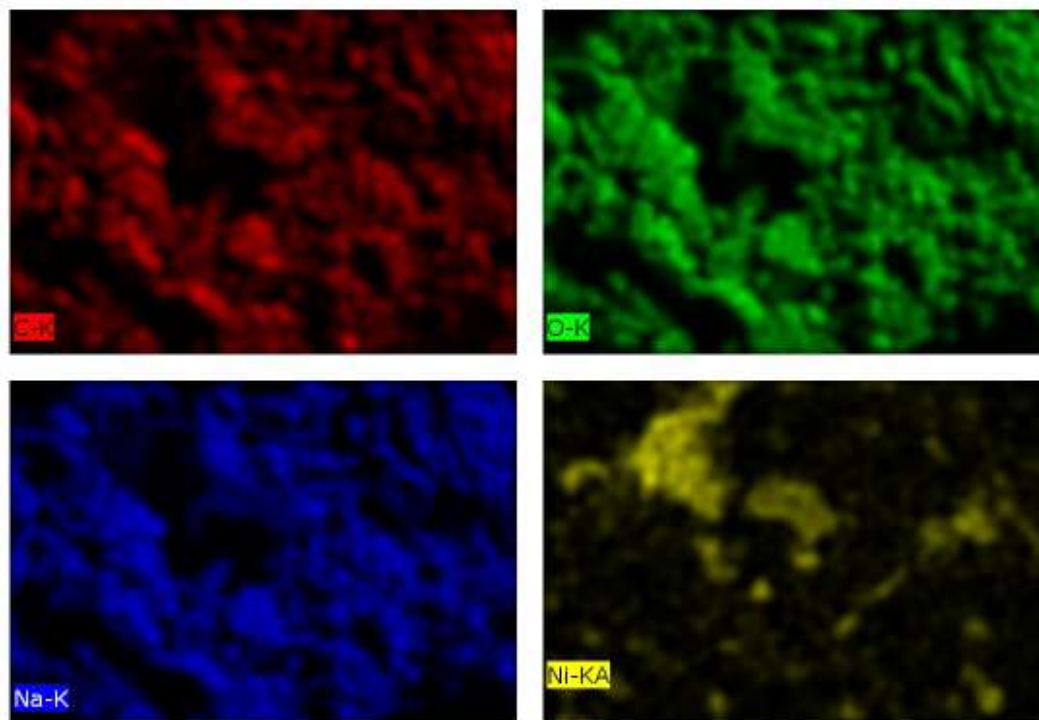
Gambar 4.19. Gambar TEM dari nanopartikel nikel oksida yang diperoleh dari proses elektrolisis menggunakan natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air dengan potensial 55 V selama 30 menit

Dilakukan uji SEM untuk larutan nikel hidroksida yang sudah mengalami penggumpalan (agglomerasi). Hasil dari uji SEM menunjukkan morfologi bulat dengan rentang ukuran 400-900 nm.



Gambar 4.20. Gambar SEM Nanopartikel Ni(OH)₂ yang diperoleh dari proses elektrolisis menggunakan natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air dengan potensial 55 V selama 30 menit

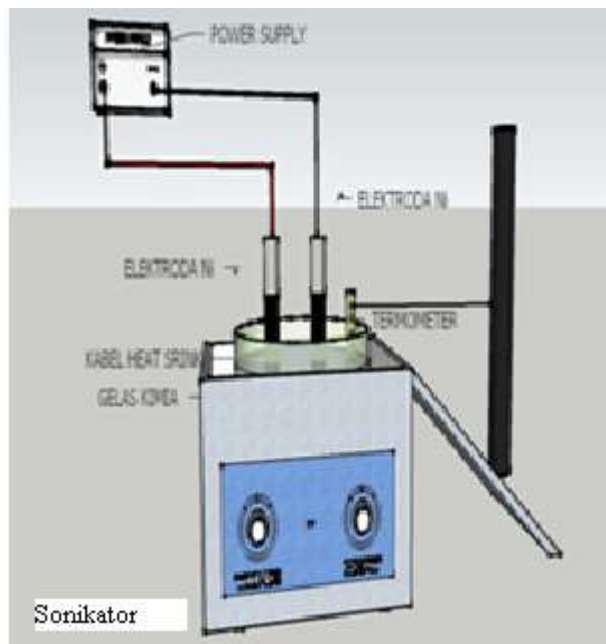




Gambar 4.21. Gambar SEM EDX dari nanopartikel nikel hidroksida yang diperoleh dari proses elektrolisis menggunakan natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air dengan potensial 55 V selama 30 menit yang sudah di oven pada suhu 80 °C

4.3. Sintesis nanopartikel nikel hidroksida menggunakan metode sonikasi dengan dan tanpa penambahan surfaktan

Cara kedua untuk menghasilkan nanopartikel $\text{Ni}(\text{OH})_2$ adalah dengan metode elektrokimia menggunakan ultrasonikasi dan penambahan surfaktan (Yandkk., 2006). Konsentrasi natrium sitrat yang digunakan menggunakan konsentrasi yang terbaik dari penelitian yang sebelumnya yaitu sebesar 0,3 M. Surfaktan yang digunakan dalam penelitian ini adalah CTAB (*Cetyl Trimethyl Amonium Bromide*). Kelebihan dari penggunaan surfaktan ini adalah nanopartikel nikel hidroksida yang dihasilkan stabil dan tidak mudah terjadi agglomerasi (penggumpalan). Rangkaian alat sintesis nanopartikel $\text{Ni}(\text{OH})_2$ dengan metode sonikasi ditunjukkan pada Gambar 4.21.



Gambar 4.21. Sintesis nanopartikel nikel hidroksida dengan metode sonikasi.

Pembentukan nanopartikel $\text{Ni}(\text{OH})_2$ ditandai dengan adanya perubahan warna dari tak berwarna menjadi hijau (Gambar 4.22 dan Gambar 4.23).



Gambar 4.22. Larutan hasil dari proses elektrolisis dengan metode sonikasi dengan menggunakan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air pada potensial 55 V dengan penambahan CTAB, volume akhir air menjadi 390 mL



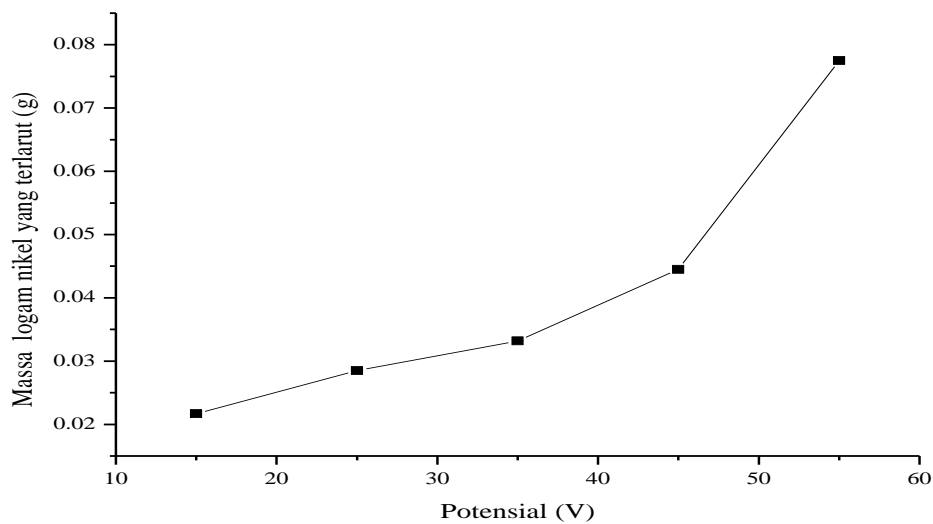
Gambar 4.23. Larutan hasil dari proses elektrolisis menggunakan metode sonikasi dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL pada potensial 55 V tanpa penambahan CTAB, volume akhir air menjadi 390 mL

Tahapan reaksi yang terjadi sama dengan metode pertama (penjelasan pada subbab 4.1), yaitu mengikuti Persamaan 4.1 hingga 4.3. Tabel 4.7 menunjukkan dengan potensial yang semakin tinggi (55 V) maka semakin banyak logam nikel yang terlarut. Hal ini disebabkan karena logam nikel bereaksi optimum pada potensial 55 V, sehingga semakin banyak massa logam terlarut dan membentuk nanopartikel nikel hidroksida. Grafik massa logam nikel yang terlarut pada variasi potensial dengan dan tanpa penambahan surfaktan ditunjukkan pada Gambar 4.24 dan Gambar 4.25.

Tabel 4.7. Massa logam nikel yang terlarut dalam proses elektrolisis pada konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 15 V sampai 55 V tanpa penambahan CTAB.

| Potensial (V) | Massa Nikel yang terlarut (g) |
|---------------|-------------------------------|
| 15 | 0,0217 |
| 25 | 0,0285 |
| 35 | 0,0332 |
| 45 | 0,0445 |
| 55 | 0,0775 |

Dari hasil percobaan sintesis menggunakan variasi 15 sampai 55 V. Data menunjukkan bahwa makin tinggi potensial maka makin banyak logam nikel yang terlarut, untuk lebih memperjelas maka dibuat grafik perbandingan antara potensial dengan massa logam nikel yang terlarut seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.24.



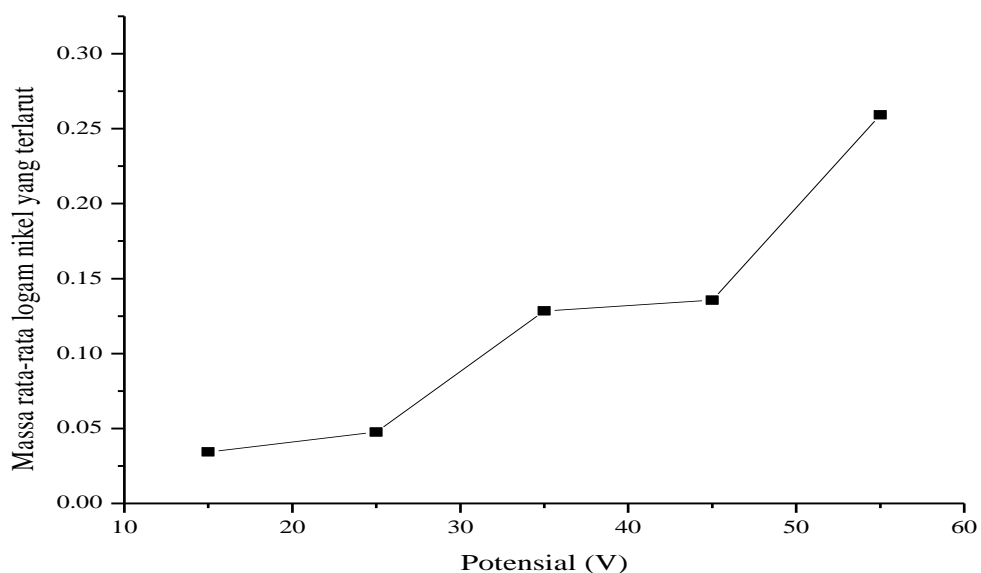
Gambar 4.24. Grafik massa logam nikel yang terlarut dari proses elektrolisis pada konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 15 V sampai 55 V tanpa penambahan CTAB

Dari grafik menunjukkan bahwa pada potensial 15 sampai 35 V kenaikannya relatif datar tidak terlalu besar tetapi semakin meningkat secara signifikan pada potensial 45 hingga 55 V, sehingga semakin tinggi potensial tegangan yang digunakan dalam hal ini 55 V maka massa logam nikel yang larut semakin banyak membentuk dispersi nanopartikel hidroksida.

Tabel 4.8. Massa rata-rata logam nikel yang terlarut dalam proses elektrolisis pada konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, dengan penambahan CTAB pada potensial 15 V sampai 55 V.

| Potensial (V) | Massa nikel yang terlarut (g) |
|---------------|-------------------------------|
| 15 | 0,0344 |
| 25 | 0,0475 |
| 35 | 0.12845 |
| 45 | 0,1355 |
| 55 | 0,2593 |

Dari hasil percobaan sintesis menggunakan variasi 15 sampai 55 V. Data menunjukkan bahwa makin tinggi potensial maka makin banyak logam nikel yang terlarut, untuk lebih memperjelas maka dibuat grafik antara potensial dengan massa logam nikel yang terlarut seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.25.

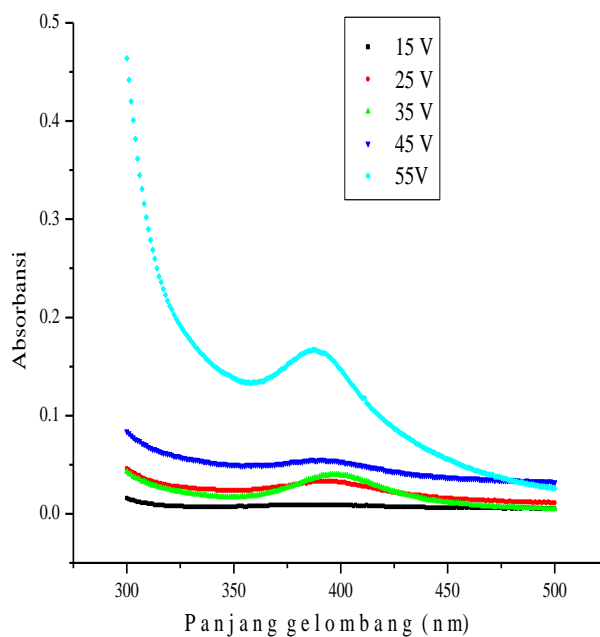


Gambar 4.25. Massa rata-rata logam nikel yang terlarut dalam proses elektrolisis pada konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, dengan penambahan CTAB pada potensial 15 V sampai 55 V

Dari grafik menunjukkan bahwa pada potensial 15 sampai 35 V kenaikannya relatif datar tetapi semakin meningkat pada potensial 45 hingga 55 V, sehingga semakin tinggi potensial tegangan yang digunakan dalam hal ini 55 V maka massa logam nikel yang larut semakin banyak membentuk dispersi nanopartikel hidroksida.

4.4. Karakterisasi nanopartikel nikel hidroksida menggunakan ultrason dengan dan tanpa penambahan surfaktan

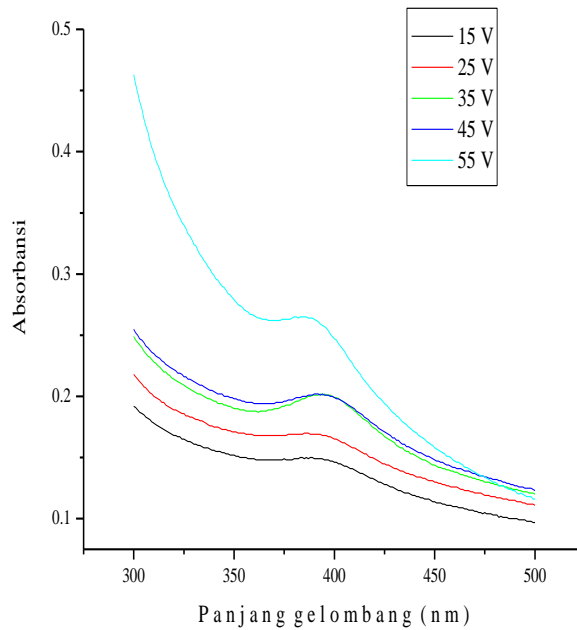
Spektra UV-Vis dari nanopartikel Ni(OH)₂ dengan variasi potensial elektrolisis menggunakan metode sonikasi tanpa dan dengan CTAB ditunjukkan pada Gambar 4.26 dan 4.27. Nanopartikel hasil sintesis dengan CTAB memiliki absorbansi yang lebih tinggi apabila dibandingkan hasil sintesis tanpa CTAB (Gambar 4.26 dan 4.27). Hal ini menunjukkan bahwa nanopartikel Ni(OH)₂ lebih banyak terbentuk ketika pada proses elektrolisis ditambahkan CTAB. Hasil karakterisasi dengan UV-Vis menunjukkan adanya puncak pada panjang gelombang 387 nm. Panjang gelombang tersebut merupakan transisi dari Ni²⁺ menjadi NiO. Hal ini juga menunjukkan bahwa dengan penambahan CTAB dapat menyebabkan variasi ukuran nanopartikel yang dihasilkan.



Gambar 4.26. Spektra UV-Vis hasil dari proses elektrolisis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V tanpa penambahan CTAB.

Tabel 4.9. Data nilai absorbansi pada ($\lambda_{\max}= 387 \text{ nm}$) hasil pengukuran UV-Vis dari proses elektrolisis yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V tanpa penambahan CTAB .

| Potensial Tegangan (V) | A | % T |
|------------------------|-------|-------|
| 15 | 0,009 | 97,95 |
| 25 | 0,033 | 92,68 |
| 35 | 0,036 | 92,04 |
| 45 | 0,055 | 88,10 |
| 55 | 0,167 | 68,07 |



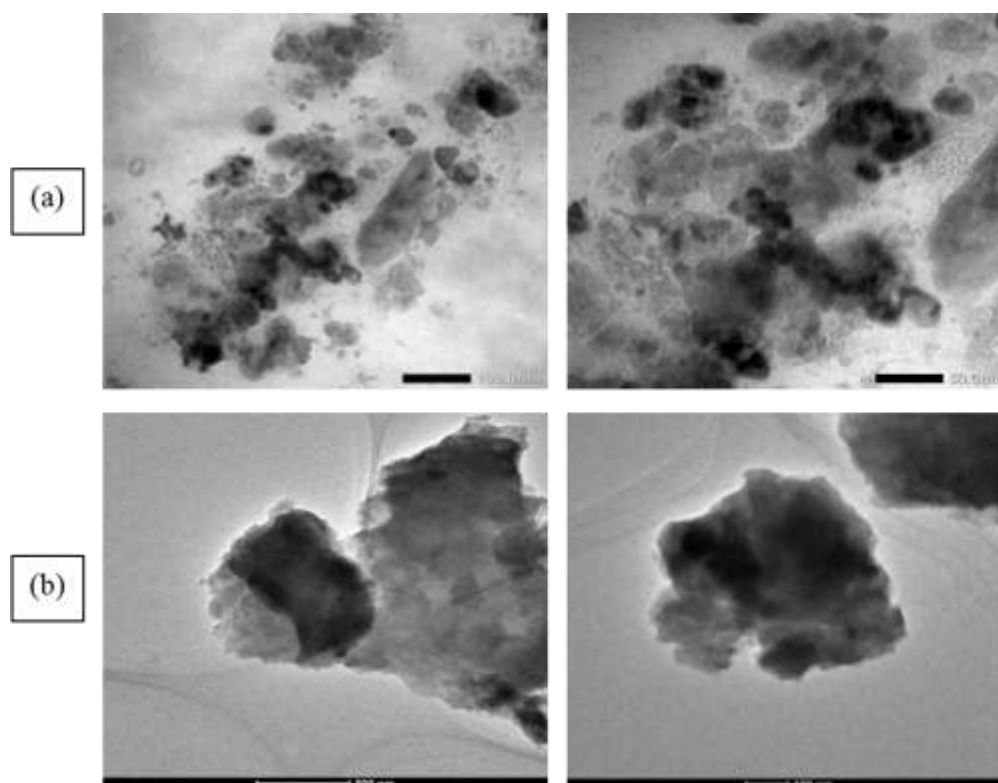
Gambar 4.27. Spektrum UV- Vis hasil dari proses elektrolisis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V dengan penambahan CTAB

Tabel 4.10. Data nilai absorbansi ($\lambda_{max} = 387 \text{ nm}$) hasil pengukuran UV-Vis pada hasil dari proses elektrolisis yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V pada potensial 15 sampai 55 V dengan menggunakan tambahan surfaktan CTAB.

| Potensial Tegangan (V) | A | % T |
|------------------------|-------|-------|
| 15 | 0,149 | 70,95 |
| 25 | 0,17 | 67,60 |
| 35 | 0,2 | 63,90 |
| 45 | 0,201 | 62,95 |
| 55 | 0,264 | 54,45 |

Bentuk nanopartikel yang dihasilkan dari metode sonikasi tanpa dan dengan penambahan CTAB diperoleh berbentuk *spherical* atau bulat (Gambar

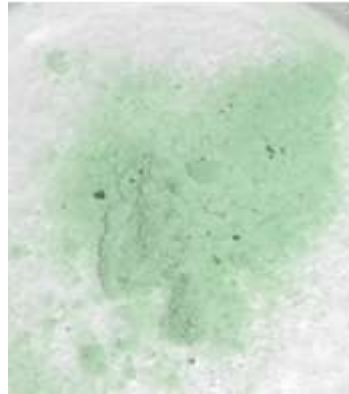
4.28). Hasil TEM pada Gambar 4.28 menunjukkan bahwa dengan menggunakan CTAB, maka nanopartikel yang dihasilkan mudah terjadi penggumpalan. Selain itu, terlihat bahwa jarak antara nanopartikel yang dihasilkan tanpa penambahan CTAB (Gambar 4.28a) adalah lebih dekat jika dibandingkan dengan adanya CTAB (Gambar 4.28b). Hal ini menunjukkan bahwa CTAB tidak hanya penting untuk pembentukan partikel tetapi juga penting dalam proses formasi yang meliputi pembentukan inti, pertumbuhan, koagulasi dan penggumpalan. Penggunaan metode sonikasi dengan penambahan CTAB mengakibatkan lapisan dari CTAB mengelilingi nanopartikel $\text{Ni}(\text{OH})_2$ dengan interaksi elektrostatis. Setelah terjadi pembentukan inti, surfaktan juga mempengaruhi proses pertumbuhan partikel, koagulasi dan penggumpalan.



Gambar 4.28. Nanopartikel $\text{Ni}(\text{OH})_2$ berbentuk bulat dengan elektrolisis pada dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55V tanpa CTAB pada gambar (a) dan gambar (b) nanopartikel $\text{Ni}(\text{OH})_2$ dengan menggunakan CTAB.

Larutan nanopartikel nikel hidroksida yang telah diperoleh menggunakan metode sonikasi, dikeringkan dengan oven pada suhu 80 °C. Serbuk kering

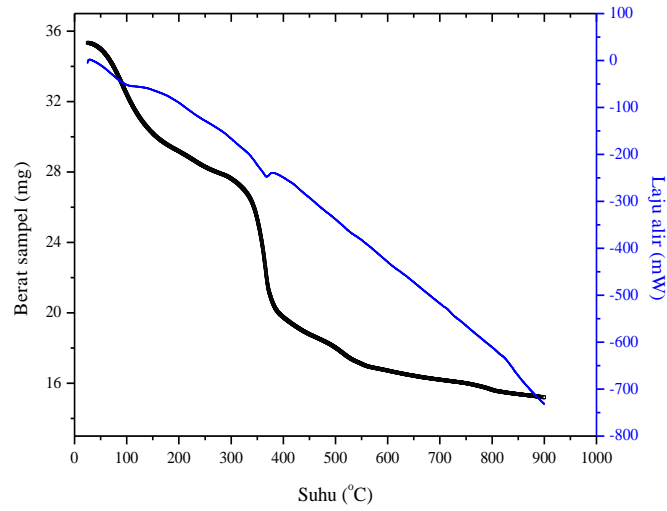
dari larutan nanopartikel nikel hidroksida yang telah dikeringkan pada suhu 80 °C ditunjukkan pada Gambar 4.29. Sedangkan, serbuk nanopartikel yang telah dikalsinasi pada suhu 600 °C ditunjukkan pada Gambar 4.30. Kedua serbuk tersebut kemudian dianalisa menggunakan FTIR dan DTA/TGA untuk mengidentifikasi komponennya dan perubahan massa yang hilang.



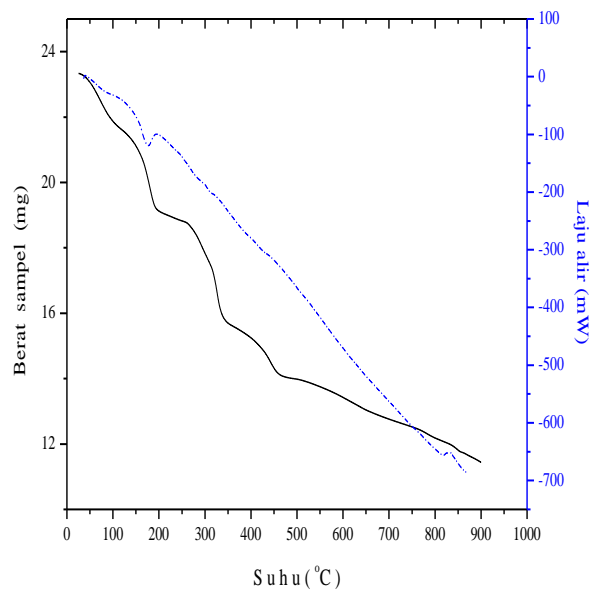
Gambar 4.29. Serbuk hasil dari proses elektrolisis yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V dengan tambahan CTAB, massa yang didapatkan sebanyak 1,2160 g



Gambar 4.30. Serbuk nikel oksida dengan penambahan CTAB setelah dikalsinasi pada suhu 600 °C, massa yang didapatkan sebanyak 0,6287 g



(a)

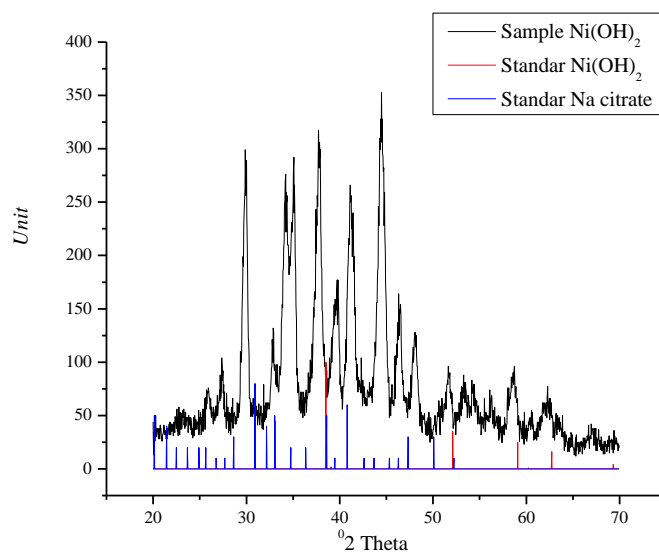
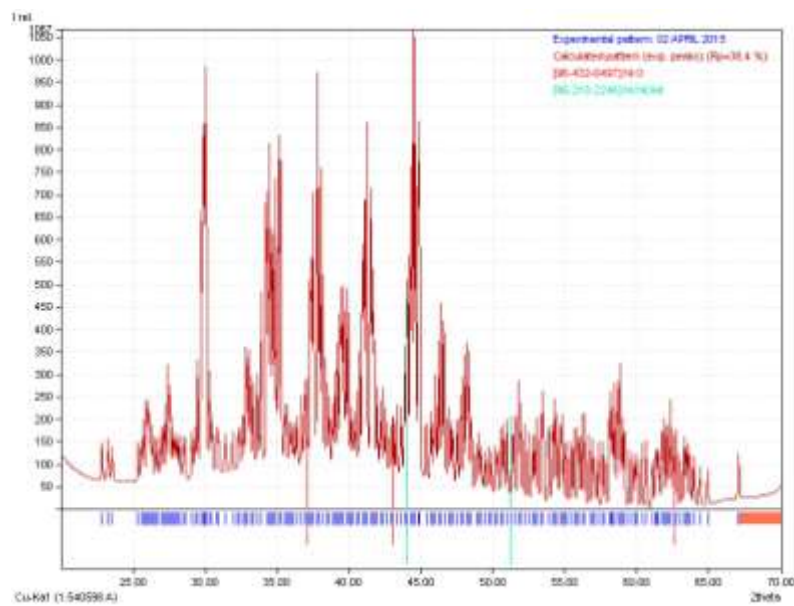


(b)

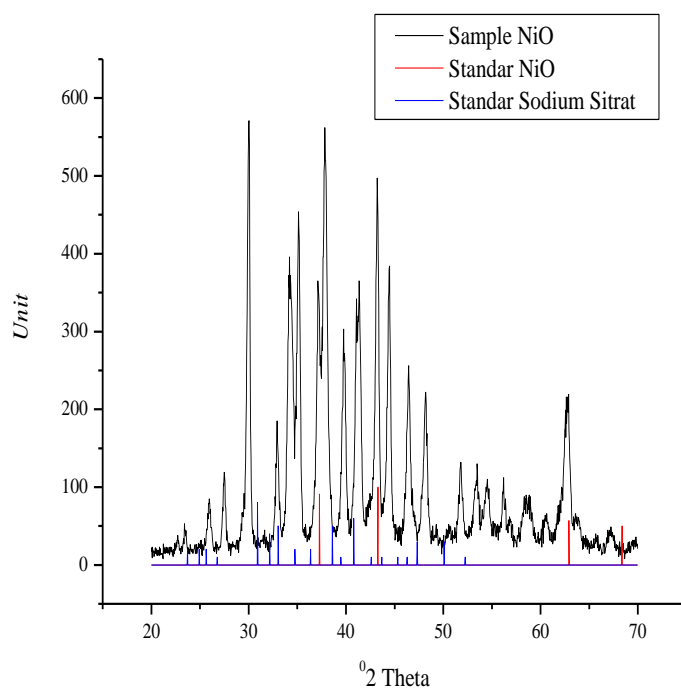
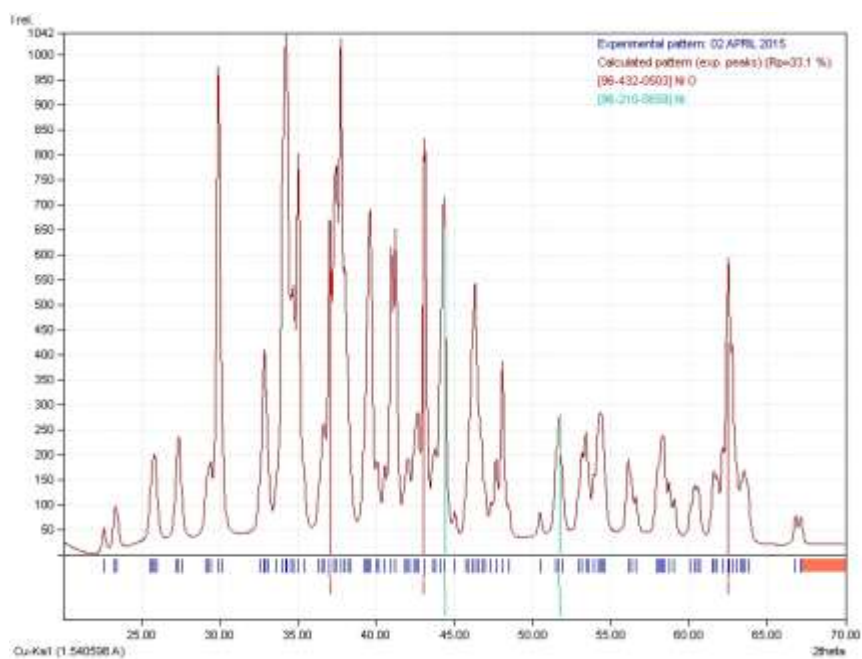
Gambar 4.31. Thermogram hasil dari proses elektrolisis pada voltase tinggi dengan sonikasi dan (a) tanpa CTAB, (b) dengan CTAB

Hasil uji DTA dari produk sintesis tanpa dan dengan penambahan CTAB tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.31. Gambar 4.31a menunjukkan bahwa tanpa penambahan CTAB terjadi 3 langkah penurunan massa yang sangat tajam. Pertama adalah massa air yang hilang pada suhu 60,81 °C sampai 140 °C.

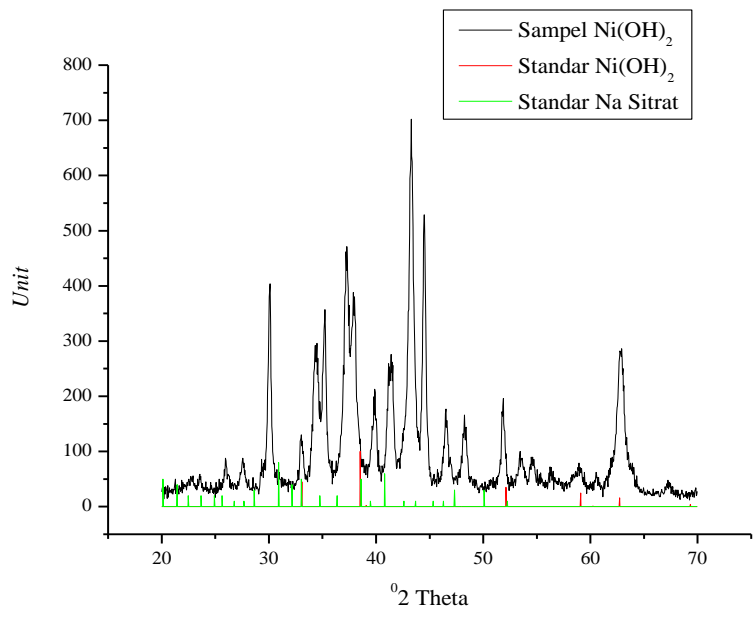
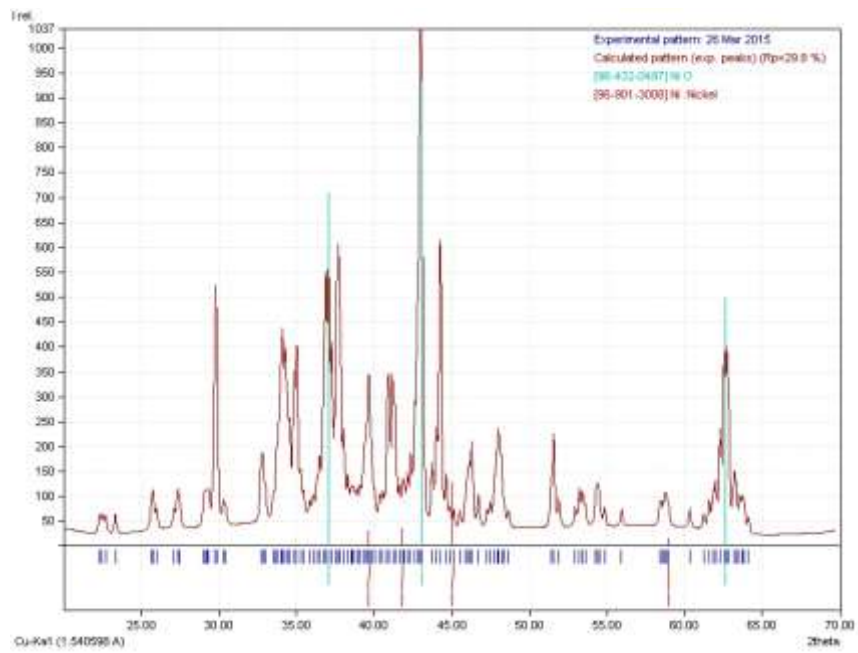
Kemudian, terjadi penurunan kedua pada suhu 330 °C yang menandakan evaporasi dari air kristal. Penurunan yang terakhir merupakan pembentukan NiO dari Ni(OH)₂ pada umumnya. Penurunan massa yang terjadi dengan penambahan CTAB (Gambar 4.31b) tidak menunjukkan adanya perbedaan secara signifikan bila dibandingkan dengan tanpa CTAB (Gambar 4.31a). Oleh karena itu, dapat disimpulkan nanopartikel tanpa dan dengan penambahan CTAB memiliki karakteristik yang hampir sama.



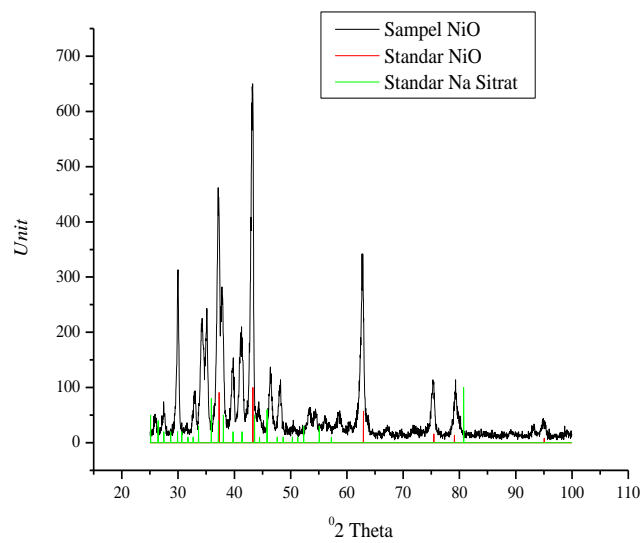
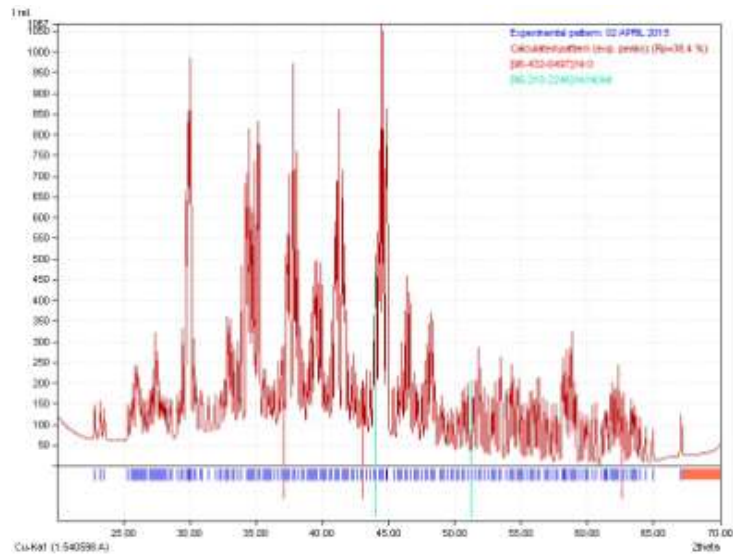
(a)



(b)



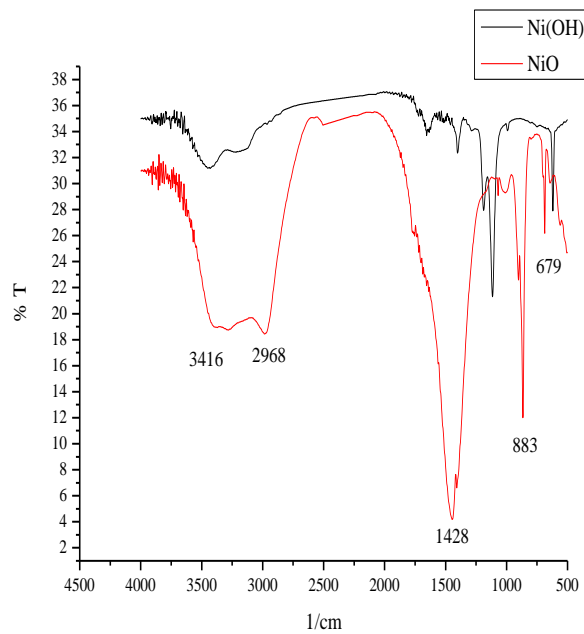
(c)



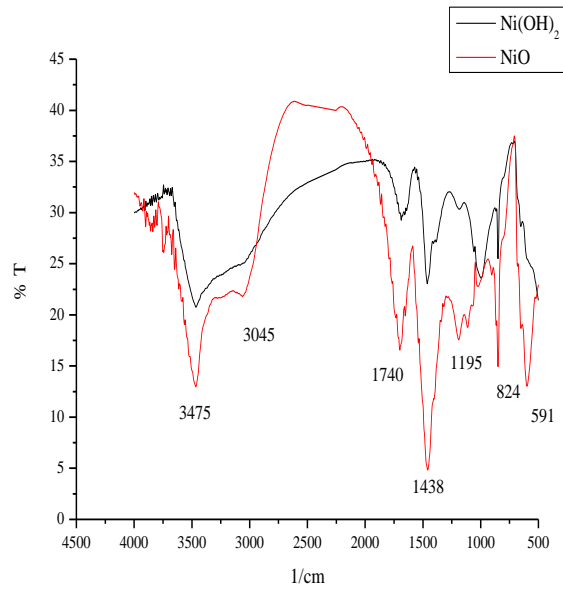
(d)

Gambar 4.32. Diffraktogram dari $\text{Ni}(\text{OH})_2$ yang terjadi pada 55 Volt dengan sonikasi (a) tanpa penambahan CTAB dan (c) diffraktogram dari nanopartikel NiO setelah kalsinasi dari $\text{Ni}(\text{OH})_2$ (b) tanpa CTAB (d) dengan penambahan CTAB

Hasil XRD dari produk sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.32. Difraktogram XRD terjadi karena nanopartikel $\text{Ni}(\text{OH})_2$ berubah menjadi kristal. Semua karakteristik difraksi menunjukkan heksagonal $\text{Ni}(\text{OH})_2$ sesuai dengan standart internasional (ICDD no 117). Perbedaan dari difraktogram adalah intensitas antara sampel yang mengindikasi perbedaan dalam mikrostruktur dan morfologi. Gambar 4.32 juga menunjukkan adanya difraktogram dari NiO yang diperoleh dari proses kalsinasi $\text{Ni}(\text{OH})_2$ dari hasil disintesis.



(a)



(b)

Gambar 4.33. Spektrum FTIR dari Ni(OH)_2 yang terjadi pada 55 V dengan sonikasi (a) tanpa penambahan CTAB (b) dengan penambahan CTAB

Spektra FTIR dari nanopartikel Ni(OH)_2 pada 55 V tanpa penambahan dan dengan penambahan CTAB ditunjukkan pada Gambar 4.33a dan 4.33b. Adanya puncak pada daerah $2750\text{-}3750\text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan gugus O–H. Gugus tersebut merupakan karakteristik dari $\beta\text{-Ni(OH)}_2$ dan air yang teradsorpsi pada permukaan nanopartikel Ni(OH)_2 . Puncak pada daerah 1740 cm^{-1} menunjukkan terjadinya bending vibrasi dari adsorpsi molekul air. Sedangkan, puncak pada daerah sekitar 591 cm^{-1} menunjukkan bending vibrasi dari Ni–O–H.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 5

KESIMPULAN

5.1. Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut.

1. Logam nikel hasil tambang Indonesia dapat digunakan untuk mensintesis nanopartikel nikel hidroksida melalui gabungan metode elektrokimia pada potensial tegangan tinggi dengan menggunakan natrium sitrat.
2. Sintesis nanopartikel nikel hidroksida dari logam nikel hasil tambang Indonesia juga dapat dilakukan menggunakan metode sonikasi dengan penambahan surfaktan CTAB secara elektrokimia pada tegangan tinggi.
3. Produk sintesis dari metode elektrokimia dengan penambahan maupun dengan penambahan surfaktan diperoleh terbaik pada penambahan natrium sitrat dengan konsentrasi 0,3 M dan potensial 55 V. Hasil analisa produk sintesis tersebut diperoleh sebagai berikut: (a) Panjang gelombang maksimum (λ_{\max}) dari UV Vis = 387 nm; (b) Adanya gugus O-H pada spektra FTIR yang mengindikasikan karakteristik dari β -Ni(OH)₂; (c) Nanopartikel Ni(OH)₂ murni terbentuk pada suhu 400 °C; (d) Ukuran nanopartikel dengan penambahan natrium sitrat diperoleh sebesar 20-70 nm. Sedangkan ukuran nanopartikel dengan penambahan surfaktan diperoleh sebesar 200 nm; (e) Morfologi nanopartikel yang dihasilkan sama-sama berbentuk bulat.
4. Produk sintesis dengan penambahan surfaktan lebih stabil dan tidak mudah mengalami agglomerasi.

5.2. Saran

Pada penelitian ini sudah dilakukan sintesis nanopartikel nikel hidroksida dari logamnya menggunakan metode elektrokimia dengan natrium sitrat. Untuk penelitian selanjutnya perlu dilakukan aplikasi nanopartikel nikel hidroksida yang dihasilkan dari metode ini.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Ahamed M. (2011), "Toxic response of nickel nanoparticles in human lung epithelial A549 cells", *Toxicology in Vitro* 25 page. 930–936
- Araoyinbo, A., Noor, A., Sreekantan, S., Aziz, A. (2010), "Voltage effect on electrochemical anodization of aluminium at ambient temperature", *International Journal of Mechanical and Materials Engineering (IJMME)*, Vol. 5, No. 1, 53-58.
- Couto, G. G., Klein, J. J., Schreiner, W. H., Mosca, D. H., Adilson J.A. de Oliveira, Aldo J.G.Z.(2007), "Nickel nanoparticles obtained by a modified polyol process: Synthesis, characterization, and magnetic properties", *Journal of Colloid and Interface Science* 311 page. 461–468
- Chiari, G., Giustetto, R., Druzik, J., Doehne, E., & Ricchiardi, G. (2007),"Pre-columbian nanotechnology: reconciling the mysteries of the maya blue pigment", *Applied Physics A Materials Science & Processing*.
- Coudun, C., Grillon, F., Hochepped, J. F. (2006),"Surfactant effects on pH-controlled synthesis of nickel hydroxides", *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects* 280 , 23–31.
- Davis, J. R. (2000). *ASM Specialty Handbook*. United States of America: ASM International Handbook Committee.
- Domínguez-Crespo, M.A., Ramírez-Meneses, E., Montiel-Palma, V., Torres Huerta, A.M., Dorantes Rosales, H. (2009)," Synthesis and electrochemical characterization of stabilized nickel nanoparticles", *International Journal of Hydrogen Energy*, 34 page. 1664 – 1676
- Eluri, R., Paul, B. (2012), "Synthesis of nickel nanoparticles by hydrazine reduction mechanistic study and continuous flow synthesis", *Journal of Nanoparticle Res* 14:800
- Eluri, R., Paul, B. (2012)," Hermetic joining of 316L stainless steel using a patterned nickel nanoparticle interlayer", *Journal of Manufacturing Processes* 14, page. 471–477.
- Fahlman, B. D. (2007), *Materials Chemistry*. Mount Pleasant, MI, USA: Springer.
- Guinebretière, R. (2007), " *X-ray Diffraction by Polycrystalline Materials* " London: ISTE Ltd.
- Gondal, M., Saleh, T. A., & Drmash, Q. (2012),"Synthesis of nickel oxide nanoparticles using pulsed laser ablation in liquids", *Applied Surface Science* 258, 6982– 6986.

- Hatakeyama, T., Quinn, F. X., (1999), “*Thermal Analysis Fundamentals and Applications to Polymer Science*”, England: John Wiley & Sons Ltd.
- Heinig, N.F., Kharbanda, N., Pynenburg, M.R., Zhou X.J., Schultz G.A., Leung, K.T. (2008)” The growth of nickel nanoparticles on conductive polymer composite electrodes”, *Materials Letters* 62, 2285–2288
- He, X., Shi, H. (2012),” Size and shape effects on magnetic properties of Ni nanoparticles”, *Particuology* 10, 497– 502
- He, W. X., Zhang, Y. Q., Liang, Q. Q., Jiang, W. Q., Sun, H. F. (2013),”Hydrothermal synthesis and characterization of nano-petal nickel hydroxide”., *RARE METALS* .
- Hemalatha, M., Suriyanarayanan, N., Prabakar, S. (2014), “ Nanoscale synthesis and optical features of nickel nanoparticles”, *Optik* 125 , 1962–1966.
- Hou, Y., Kondoh, H., Ohta, T., Gao, S. (2005), ”Size-controlled synthesis of nickel nanoparticles”, *Applied Surface Science* 241, page. 218–222
- Husna, Q. (2011),”Optimasi konsentrasi natrium sitrat dan pengaruh potensial dalam sintesis emas nanopartikel”, Tesis jurusan Kimia ITS., Surabaya.
- Kiani, M. A., Mousavi, M. F., Ghasemi, S. (2010),“Size effect investigation on battery performance: Comparison between micro micro and nanoparticles of β -Ni(OH)₂ as nickel battery cathode material”,*Journal of Power Sources* 195, 5794–5800.
- Khan, Y., Durrani, S.K., Mehmood, M., Jan, A., Abbasi, M.A.(2011), "pH-dependant structural and morphology evolution of Ni(OH)₂ nanostructures and their morphology retention upon thermal annealing to NiO”, *Journal of Materials Chemistry and Physics*, 130 page. 1169– 1174.
- Kashani, M. M., Youzbashi, A. A., Hashemzadeh, F., Sabaghzadeh, L. (2013), “Structural properties of nickel hydroxide/oxyhydroxide and oxide nanoparticles obtained by microwave-assisted oxidation technique”, *Powder Technology* 237, page. 562–568
- Kochmann W., Reibold M., Goldberg R., Hauffe W., Levin A. A., Meyer D. C., Stephan T., Müller H., Belger A., Paufler P. (2004), “Nanowires in ancient Damascus steel. *J. Alloys Compd*”.372, L15–L19.
- Kurniawan, F. (2008), “*New analytical applications of gold nanoparticles*”, *Dissertation.*, University of Regensburg, Germany

- Liu, L., Guo, Y., Wang, Y., Yang, X. (2013), "Hollow NiO nanotubes synthesized by bio-templates as the high performance anode materials of lithium-ion batteries", *Electrochimica Acta* 114, 42–47.
- Liu, B., Yang, H., Zhao, H., An, L., Zhang, L., Shi, R. (2011), "Synthesis and enhanced gas-sensing properties of ultralong NiO nanowires assembled with NiO nanocrystals", *Sensors and Actuators B* 156, 251–262.
- Mandal, M., Pal, D., Mandal, K. (2009), "Negatively charged micelles directed synthesis of snow-ball flower like superparamagnetic Ni nanoparticles and investigation of their properties", *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects* 348, page 35–38
- Mothoa, S. S. (2010), "Synthesis and Characterization of nanostructured alpha-MnO₂ electrodes for Supercapacitors Applications", thesis in the Department of Chemistry, University of the Western Cape.
- Neiva, E. G., Bergaminia, M. F., Oliveira, M. M., Marcolino Jr., L. H., Zarbin, A. J. (2014), "PVP-capped nickel nanoparticles: Synthesis, characterization and utilization as a glycerol electrosensor", *Sensors and Actuators B* 196, 574–581.
- Niasari, M. S., Mir, N., & Davar, F. (2009), "Synthesis and characterization of NiO nanoclusters via thermal decomposition", *Polyhedron* 28, 1111–1114.
- Noorbakhsh, A., Salimi, A. (2011), "Development of DNA electrochemical biosensor based on immobilization of ssDNA on the surface of nickel oxide nanoparticles modified glassy carbon electrode", *Biosensors and Bioelectronics*, 30 page 188–196
- Park, Y. R., & Kim, K. J. (2003), "Sol-gel preparation and optical characterization of NiO and Ni_{1-x}Zn_xO thin films", *Journal of Crystal Growth* 258, 380–384.
- Pourmortazavi, S. M., Nasrabadi, M. R., Shalamzari, M. K., Zahedi, M. M., Hajimirsadeghi, S. S., Omrani, I. (2012), "Synthesis, structure characterization and catalytic activity of nickel tungstate nanoparticles", *Applied Surface Science* 263, 745–752.
- Rao, V. M., Castano, C. H., Rojas, J., Abdulghani, A. J. (2013), "Synthesis of nickel nanoparticles on multi-walled carbon nanotubes by gamma irradiation", *Radiation Physics and Chemistry* 89, 51–56.
- Saghatforoush, L. A., Hasanzadeh, M., Sanati, S., Mehdizadeh, R. (2012), "Ni(OH)₂ and NiO Nanostructures: Synthesis, Characterization and

- Electrochemical Performance. Bull ”, *Korean Chem. Soc.*, Vol. 33, No. 8, 2613.
- Smith, B. C. (2011). *Fundamentals of FOURIER TRANSFORM INFRA RED SPECTROSCOPY*. United States of America: Taylor and Francis Group, LLC.
- Soler-Illia, G. J., Jobbagy, M., Regazzoni, A. E., Blesa, M. A. (1999), “Synthesis of Nickel Hydroxide by Homogeneous Alkalinization. Precipitation Mechanism”, *Chem. Mater*, 11,3140-3146.
- Tahmasian, A., Morsali, A. (2012), “Ultrasonic synthesis of a 3D Ni(II) Metal–organic framework at ambient temperature and pressure: New precursor for synthesis of nickel(II) oxide nano-particles”, *Inorganica Chimica Acta* 387 , 327–331.
- Verrelli, E., Tsoukalas, D., Giannakopoulos, K., Kouvatsos, D., Normand, P., Ioannou, D. E. (2007), “Nickel nanoparticle deposition at room temperature for memory applications”, *Microelectronic Engineering* 84, page. 1994–1997.
- Velu, S., Gangwal. S.K. (2006), “Synthesis of alumina supported nickel nanoparticle catalysts and evaluation of nickel metal dispersions by temperature programmed desorption”, *Solid State Ionics* 177, page. 803–811
- Waseda, Y., Matsubara, E., Shinoda, K. (2011), “*X-Ray Diffraction Crystallography*”, London: Springer .
- Wang, X., Song, J., Gao, L., Jin, J., Zheng, H., Zhang, Z. (2005), “Optical and electrochemical properties of nanosized NiO via thermal decomposition of nickel oxalate nanofibres”. *Nanotechnology*, 1637–39.
- Wang, K., Li, L., Zhang, T. (2013), “Synthesis of Nickel Hydroxide and Its Electrochemical Performances”, *Int. J. Electrochem. Sci.*, 8 , 6252 - 6257.
- Wang, A., Yin, H., Lu, H., Xue, J., Ren, Min., Jiang, T. (2009), “Catalytic activity of nickel nanoparticles in hydrogenation of p-nitrophenol to p-aminophenol”, *Catalysis Communications* 10, page. 2060–2064
- Wu, S. H., & Chen, D. H. (2003), “Synthesis and characterization of nickel nanoparticles by hydrazine reduction in ethylene glycol”. *Journal of Colloid and Interface Science* 259, 282–286.
- Wu, Z., Ge, S., Zhang, M., Li, W., Tao, K.(2009),” Synthesis of nickel nanoparticles supported on metal oxides using electroless plating:

- Controlling the dispersion and size of nickel nanoparticles”, *Journal of Colloid and Interface Science* 330, 359–366
- Wu, Z.G., Munoz, M., Montero, O. (2010), “The synthesis of nickel nanoparticles by hydrazine reduction”. *Journal of Advanced Powder Technology* 2, page. 165–168.
- Wu, H. Y., Wang, H. W. (2012), “Electrochemical Synthesis of Nickel Oxide Nanoparticulate Films on Nickel Foils for High-performance Electrode Materials of Supercapacitors”. *Int. J. Electrochem. Sci.*, 7, 4405 - 4417.
- Yan, G. X., Cheng, D. J. (2007), “Preparation and electrochemical performance of nano-scale nickel hydroxide with different shapes”. *Materials Letters* 61 , 621–625.
- Zhai, Y., Dou, Y., Liu, X., Park, S.S., Ha, C.S., Zhao, D. (2011), “Soft-template synthesis of ordered mesoporous carbon/nanoparticle nickel composites with a high surface area”, *Carbon* 49, page. 545 –555.
- Zhang, H.T., Wu, G., Chen, X.H., Qiu, X.G. (2006), “Synthesis and magnetic properties of nickel nanocrystals”, *Material. Research. Bulletin.* 41, page. 495–501.
- Zeng, C., Wang, C., Wang, F., Zhang, Y., Zhang, L. (2012),” A novel vapor–liquid segmented flow based on solvent partial vaporization in microstructured reactor for continuous synthesis of nickel nanoparticles”, *Journal of Chemical Engineering* 204–206, page. 48–53

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN A

1. Perhitungan massa yang terlarut pada pembuatan nanopartikel nikel hidroksida secara elektrokimia tegangan tinggi pengulangan ke -1

| Konsentrasi natrium sitrat (M) | Sebelum sintesis | | Sesudah sintesis | | Massa yang hilang (g) |
|--------------------------------|------------------|--------|------------------|--------|-----------------------|
| | Katoda | Anoda | Katoda | Anoda | |
| 0,0121 | 7,8906 | 7,3355 | 7,927 | 7,2051 | 0,1304 |
| 0,0097 | 7,4586 | 7,0777 | 7,4856 | 6,9542 | 0,1235 |
| 0,0073 | 6,9392 | 7,1714 | 6,9568 | 6,9483 | 0,2231 |
| 0,0048 | 7,0683 | 7,6581 | 7,085 | 7,54 | 0,1181 |
| 0,0024 | 7,3732 | 8,066 | 7,4001 | 7,9205 | 0,1455 |

2. Perhitungan massa yang terlarut pada pembuatan nanopartikel nikel hidroksida secara elektrokimia tegangan tinggi pengulangan ke -2

| Konsentrasi natrium sitrat (M) | Sebelum sintesis | | Sesudah sintesis | | Massa yang hilang (g) |
|--------------------------------|------------------|--------|------------------|--------|-----------------------|
| | Katoda | Anoda | Katoda | Anoda | |
| 0,0121 | 6,7098 | 7,4141 | 6,7775 | 7,3257 | 0,0884 |
| 0,0097 | 6,8882 | 7,7998 | 6,9012 | 7,6717 | 0,1281 |
| 0,0073 | 6,7775 | 7,3257 | 6,9568 | 6,9483 | 0,3774 |
| 0,0048 | 6,7197 | 7,5221 | 6,7098 | 7,4141 | 0,108 |
| 0,0024 | 6,854 | 7,689 | 6,9005 | 7,6013 | 0,0877 |

3. Perhitungan massa yang terlarut pada pembuatan nanopartikel nikel hidroksida secara elektrokimia tegangan tinggi pengulangan ke -3

| Konsentrasi natrium sitrat (M) | Sebelum sintesis | | Sesudah sintesis | | Massa yang hilang (g) |
|--------------------------------|------------------|--------|------------------|--------|-----------------------|
| | Katoda | Anoda | Katoda | Anoda | |
| 0,0121 | 6,8237 | 6,3811 | 6,8621 | 6,2793 | 0,1018 |
| 0,0097 | 7,932 | 6,9555 | 7,9411 | 6,7584 | 0,1971 |
| 0,0073 | 7,1795 | 6,5802 | 7,1865 | 6,4079 | 0,1723 |
| 0,0048 | 7,1542 | 6,7147 | 7,1842 | 6,5684 | 0,1463 |
| 0,0024 | 6,5684 | 7,1842 | 6,4463 | 7,1805 | 0,0037 |

4. Perhitungan massa yang terlarut pada pembuatan nanopartikel nikel hidroksida secara elektrokimia tegangan tinggi pengulangan ke -4

| Konsentrasi natrium sitrat (M) | Sebelum sintesis | | Sesudah sintesis | | Massa yang hilang (g) |
|--------------------------------|------------------|--------|------------------|--------|-----------------------|
| | Katoda | Anoda | Katoda | Anoda | |
| 0,0121 | 7,9411 | 6,7584 | 7,9292 | 6,5241 | 0,2343 |
| 0,0097 | 7,2763 | 6,2877 | 7,3091 | 6,1328 | 0,1549 |
| 0,0073 | 7,9074 | 7,1598 | 7,932 | 6,9555 | 0,2043 |
| 0,0048 | 7,147 | 6,3359 | 7,2763 | 6,2877 | 0,0482 |
| 0,0024 | 6,4463 | 7,1805 | 6,3797 | 7,176 | 0,0045 |

5. Perhitungan massa yang terlarut pada pembuatan nanopartikel nikel hidroksida secara elektrokimia tegangan tinggi menggunakan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL ke dalam 400 mL air pada berbagai potensial pengulangan ke -1

| Potensial (V) | Sebelum sintesis | | Sesudah sintesis | | Massa yang hilang (g) |
|---------------|------------------|--------|------------------|--------|-----------------------|
| | Katoda | Anoda | Katoda | Anoda | |
| 10 | 6,8906 | 7,8571 | 6,9017 | 7,8147 | 0,0424 |
| 15 | 7,6103 | 7,7948 | 7,6178 | 7,7184 | 0,0764 |
| 20 | 7,0704 | 7,1898 | 7,0787 | 7,1071 | 0,0827 |
| 25 | 6,8445 | 7,728 | 6,8513 | 7,6425 | 0,0855 |
| 30 | 6,8607 | 7,2245 | 6,877 | 7,0772 | 0,1473 |
| 35 | 7,704 | 7,3614 | 7,7177 | 7,2086 | 0,1528 |
| 40 | 6,9453 | 7,0809 | 6,9627 | 6,8940 | 0,1869 |
| 45 | 6,9794 | 7,2807 | 7,0061 | 7,0647 | 0,216 |
| 50 | 6,9392 | 7,1714 | 6,9483 | 6,9568 | 0,2146 |
| 55 | 6,8157 | 6,8277 | 6,8329 | 6,5827 | 0,245 |

6. Perhitungan massa yang terlarut menggunakan metode sonikasi dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL ke dalam 400 mL air dengan penambahan surfaktan pada berbagai potensial

| Potensial (V) | Sebelum sintesis | | Sesudah sintesis | | Massa yang hilang (g) |
|---------------|------------------|--------|------------------|--------|-----------------------|
| | Katoda | Anoda | Katoda | Anoda | |
| 15 | 7,5866 | 7,6806 | 7,5993 | 7,6472 | 0,0334 |
| 25 | 7,0309 | 6,9887 | 7,0445 | 6,9416 | 0,0471 |
| 35 | 7,0695 | 7,2672 | 7,2423 | 7,0750 | 0,1922 |
| 45 | 7,8044 | 7,397 | 7,8158 | 7,2844 | 0,1126 |
| 55 | 7,0555 | 6,8896 | 7,0586 | 6,7948 | 0,0948 |

7. Perhitungan massa yang terlarut menggunakan metode sonikasi dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M sebanyak 10 mL ke dalam 400 mL air tanpa penambahan surfaktan pada berbagai potensial

| Potensial (V) | Sebelum sintesis | | Sesudah sintesis | | Massa yang hilang (g) |
|---------------|------------------|--------|------------------|--------|-----------------------|
| | Katoda | Anoda | Katoda | Anoda | |
| 15 | 6,9247 | 6,9343 | 6,9335 | 6,9126 | 0,0217 |
| 25 | 6,8405 | 7,0393 | 6,8547 | 7,0108 | 0,0285 |
| 35 | 7,6726 | 7,1587 | 7,6705 | 7,1142 | 0,0445 |
| 45 | 6,9265 | 6,8498 | 6,9252 | 6,8166 | 0,0332 |
| 55 | 6,9308 | 6,9017 | 6,9052 | 6,8242 | 0,0775 |

LAMPIRAN B

Tabel 1. Data nilai absorbansi pada ($\lambda_{\max}=387$) hasil pengukuran UV-Vis larutan nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 hingga 0,5 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V.

| | Konsentrasi natrium sitrat (M) | | | | |
|---|--------------------------------|-------|-------|-------|-------|
| | 0,1 | 0,2 | 0,3 | 0,4 | 0,5 |
| 1 | 0,204 | 0,14 | 0,108 | 0,126 | 0,106 |
| 2 | 0,056 | 0,147 | 0,102 | 0,141 | 0,22 |
| 3 | 0,088 | 0,171 | 0,197 | 0,149 | 0,153 |
| 4 | 0,139 | 0,165 | 0,227 | 0,186 | 0,224 |

Tabel 2. Hasil uji F nilai absorbansi pada λ_{\max} hasil pengukuran UV-Vis larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 M dan 0,2 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V.

F-Test Two-Sample for Variances

| | 0,1 M | 0, 2 M |
|----------------------------|----------|------------|
| <i>Mean</i> | 0,12175 | 0,15575 |
| <i>Variance</i> | 0,004175 | 0,00021425 |
| <i>Observations</i> | 4 | 4 |
| <i>Df</i> | 3 | 3 |
| <i>F</i> | 19,48619 | |
| <i>P(F<=f) one-tail</i> | 0,018038 | |
| <i>F Critical one-tail</i> | 9,276628 | |

Tabel 3. Hasil uji t nilai absorbansi pada λ_{\max} hasil pengukuran UV Vis larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 M dan 0,2 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V

t-Test: Two-Sample Assuming Unequal Variances

| | 0,1M | 0,2 M |
|-----------------|----------|----------|
| <i>Mean</i> | 0.12175 | 0.15575 |
| <i>Variance</i> | 0.004175 | 0.000214 |

| | | |
|-------------------------------------|----------|---|
| <i>Observations</i> | 4 | 4 |
| <i>Hypothesized Mean Difference</i> | 0 | |
| <i>Df</i> | 3 | |
| <i>t Stat</i> | -1.0264 | |
| <i>P(T<=t) one-tail</i> | 0.190114 | |
| <i>t Critical one-tail</i> | 2.353363 | |
| <i>P(T<=t) two-tail</i> | 0.380228 | |
| <i>t Critical two-tail</i> | 3.182446 | |

Berdasarkan Tabel 2. diketahui nilai F hitung lebih besar daripada nilai F kritis satu sisi sehingga H_0 ditolak. Artinya, nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 dan 0,2 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air memiliki varian yang berbeda secara signifikan pada tingkat probabilitas 5%. Oleh karena itu pada uji t digunakan jenis *Two-Sample Assuming Unequal Variances*.

Data uji t pada Tabel 3. menunjukkan nilai $|t|$ hitung lebih kecil daripada nilai $|t|$ kritis satu sisi sehingga H_0 diterima. Artinya, larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 dan 0,2 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air memiliki ukuran nanopartikel yang sama

Tabel 4. Hasil uji F nilai absorbansi pada λ_{max} hasil pengukuran UV-Vis larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 M dan 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V.

F-Test Two-Sample for Variances

| | 0,1 M | 0,3 M |
|------------------|----------|----------|
| Mean | 0.12175 | 0.1585 |
| Variance | 0.004175 | 0.003972 |
| Observations | 4 | 4 |
| df | 3 | 3 |
| F | 1.050999 | |
| P(F<=f) one-tail | 0.484172 | |

F Critical one-tail
9.276628

Tabel 5. Hasil uji t nilai absorbansi pada λ_{\max} hasil pengukuran UV Vis larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 M dan 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air pada potensial 55 V

t-Test: Two-Sample Assuming Unequal Variances

| | 0,1 M | 0,3 M |
|------------------------------|----------|----------|
| Mean | 0.12175 | 0.1585 |
| Variance | 0.004175 | 0.003972 |
| Observations | 4 | 4 |
| Hypothesized Mean Difference | 0 | |
| Df | 6 | |
| t Stat | -0.8143 | |
| P(T<=t) one-tail | 0.223291 | |
| t Critical one-tail | 1.94318 | |
| P(T<=t) two-tail | 0.446582 | |
| t Critical two-tail | 2.446912 | |

Berdasarkan Tabel 4. diketahui nilai F hitung lebih besar daripada nilai F kritis satu sisi sehingga H_0 diterima. Artinya, nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 dan 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air tidak memiliki varian yang berbeda secara signifikan pada tingkat probabilitas 5%. Oleh karena itu pada uji t digunakan jenis *Two-Sample Assuming Unequal Variances*.

Data uji t pada Tabel 5. menunjukkan nilai $|t|$ hitung lebih kecil daripada nilai $|t|$ kritis satu sisi sehingga H_0 diterima. Artinya, larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 dan 0,3 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, memiliki ukuran nanopartikel yang sama

Tabel 6. Hasil uji F nilai absorbansi pada λ_{\max} hasil pengukuran UV-Vis larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 M dan 0,4 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V.

F-Test Two-Sample for Variances

| | 0,1 M | 0,4 M |
|---------------------|----------|----------|
| Mean | 0.12175 | 0.1505 |
| Variance | 0.004175 | 0.000651 |
| Observations | 4 | 4 |
| df | 3 | 3 |
| F | 6.413082 | |
| P(F<=f) one-tail | 0.08062 | |
| F Critical one-tail | 9.276628 | |

Tabel 7. Hasil uji t nilai absorbansi pada λ_{\max} hasil pengukuran UV Vis larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 M dan 0,4 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V

t-Test: Two-Sample Assuming Unequal Variances

| | 0,1 M | 0,4 M |
|------------------------------|----------|----------|
| Mean | 0.12175 | 0.1505 |
| Variance | 0.004175 | 0.000651 |
| Observations | 4 | 4 |
| Hypothesized Mean Difference | 0 | |
| Df | 4 | |
| t Stat | -0.82771 | |
| P(T<=t) one-tail | 0.227179 | |
| t Critical one-tail | 2.131847 | |
| P(T<=t) two-tail | 0.454359 | |
| t Critical two-tail | 2.776445 | |

Berdasarkan Tabel 4. diketahui nilai F hitung lebih kecil daripada nilai F kritis satu sisi sehingga H_0 diterima. Artinya, nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 M dan 0,4 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, tidak memiliki varian yang berbeda secara signifikan pada tingkat probabilitas 5%. Oleh karena itu pada uji t digunakan jenis *Two-Sample Assuming Unequal Variances*.

Data uji t pada Tabel 5. menunjukkan nilai $|t|$ hitung lebih kecil daripada nilai $|t|$ kritis satu sisi sehingga H_0 diterima. Artinya, larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 dan 0,4 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, memiliki ukuran nanopartikel yang sama

Tabel 8. Hasil uji F nilai absorbansi pada λ_{\max} hasil pengukuran UV Vis larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 M dan 0,5 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V.

F-Test Two-Sample for Variances

| | 0,1 M | 0,5 M |
|---------------------|----------|----------|
| Mean | 0.12175 | 0.17575 |
| Variance | 0.004175 | 0.003223 |
| Observations | 4 | 4 |
| df | 3 | 3 |
| F | 1.295385 | |
| P(F<=f) one-tail | 0.418302 | |
| F Critical one-tail | 9.276628 | |

Tabel 9. Hasil uji t nilai absorbansi pada λ_{\max} hasil pengukuran UV Vis larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 M dan 0,5 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, pada potensial 55 V

t-Test: Two-Sample Assuming Unequal Variances

| | 0,1 M | 0,5 M |
|------------------------------|----------|----------|
| Mean | 0.12175 | 0.17575 |
| Variance | 0.004175 | 0.003223 |
| Observations | 4 | 4 |
| Hypothesized Mean Difference | 0 | |
| Df | 6 | |
| t Stat | -1.25566 | |
| P(T<=t) one-tail | 0.127962 | |
| t Critical one-tail | 1.94318 | |
| P(T<=t) two-tail | 0.255923 | |
| t Critical two-tail | 2.446912 | |

Berdasarkan Tabel 8. diketahui nilai F hitung lebih besar daripada nilai F kritis satu sisi sehingga H_0 diterima. Artinya, nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 M dan 0,5 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, tidak memiliki varian yang berbeda secara signifikan pada tingkat probabilitas 5%.

Data uji t pada Tabel 9 menunjukkan nilai |t| hitung lebih kecil daripada nilai |t| kritis satu sisi sehingga H_0 diterima. Artinya, larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 dan 0,5 M sebanyak 10 mL yang ditambahkan ke dalam 400 mL air, memiliki ukuran nanopartikel yang sama

Tabel 10. Hasil uji F nilai absorbansi pada λ_{\max} hasil pengukuran UV-Vis larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,2 M dan 0,3 M pada potensial 55 V.

F-Test Two-Sample for Variances

| | 0,2 M | 0,3M |
|----------------------------|-------------|------------|
| <i>Mean</i> | 0.17 | 0.1585 |
| <i>Variance</i> | 0,001606 | 0,00397233 |
| <i>Observations</i> | 4 | 4 |
| <i>Df</i> | 3 | 3 |
| <i>F</i> | 0,404296383 | |
| <i>P(F<=f) one-tail</i> | 0,238278655 | |
| <i>F Critical one-tail</i> | 0,107797789 | |

Tabel 11. Hasil uji t nilai absorbansi pada λ_{\max} hasil pengukuran UV Vis larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,2 M dan 0,3 M pada potensial 55 V

t-Test: Two-Sample Assuming Unequal Variances

| | 0,2 M | 0,3 M |
|-------------------------------------|-------------|-------------|
| <i>Mean</i> | 0.17 | 0.1585 |
| <i>Variance</i> | 0.001606 | 0.003972333 |
| <i>Observations</i> | 4 | 4 |
| <i>Hypothesized Mean Difference</i> | 0 | |
| <i>Df</i> | 5 | |
| <i>t Stat</i> | 0.307946736 | |
| <i>P(T<=t) one-tail</i> | 0.38526914 | |
| <i>t Critical one-tail</i> | 2.015048372 | |
| <i>P(T<=t) two-tail</i> | 0.770538281 | |
| <i>t Critical two-tail</i> | 2.570581835 | |

Berdasarkan Tabel 10. diketahui nilai F hitung lebih besar daripada nilai F kritis satu sisi sehingga H_0 ditolak. Artinya, nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,2 M dan 0,3 M memiliki varian yang berbeda secara signifikan pada tingkat probabilitas 5%.

Data uji t pada Tabel 11 menunjukkan nilai |t| hitung lebih kecil daripada nilai |t| kritis satu sisi sehingga H_0 diterima. Artinya, larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,2 M dan 0,3 M memiliki ukuran nanopartikel yang sama

Tabel 12. Hasil uji F nilai absorbansi pada λ_{\max} hasil pengukuran UV-Vis larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,2 M dan 0,4 M pada potensial 55 V.

F-Test Two-Sample for Variances

| | 0,2 M | 0,4 M |
|---------------------|----------|----------|
| Mean | 0.15575 | 0.1505 |
| Variance | 0.000214 | 0.000651 |
| Observations | 4 | 4 |
| df | 3 | 3 |
| F | 0.329109 | |
| P(F<=f) one-tail | 0.192877 | |
| F Critical one-tail | 0.107798 | |

Tabel 13. Hasil uji t nilai absorbansi pada λ_{\max} hasil pengukuran UV Vis larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,2 M dan 0,4 M pada potensial 55 V

t-Test: Two-Sample Assuming Unequal Variances

| | 0,2 M | 0,4 M |
|------------------------------|----------|----------|
| Mean | 0.15575 | 0.1505 |
| Variance | 0.000214 | 0.000651 |
| Observations | 4 | 4 |
| Hypothesized Mean Difference | 0 | |
| Df | 5 | |
| t Stat | 0.356959 | |
| P(T<=t) one-tail | 0.367847 | |
| t Critical one-tail | 2.015048 | |
| P(T<=t) two-tail | 0.735693 | |
| t Critical two-tail | 2.570582 | |

Berdasarkan Tabel 12. diketahui nilai F hitung lebih besar daripada nilai F kritis satu sisi sehingga H_0 ditolak. Artinya, nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,2 M dan 0,4 M memiliki varian yang berbeda secara signifikan pada tingkat probabilitas 5%.

Data uji t pada Tabel 13. menunjukkan nilai $|t|$ hitung lebih kecil daripada nilai $|t|$ kritis satu sisi sehingga H_0 diterima. Artinya, larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,2 dan 0,4 M memiliki ukuran nanopartikel yang sama

Tabel 14. Hasil uji F nilai absorbansi pada λ_{\max} hasil pengukuran UV Vis larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,2 M dan 0,5 M pada potensial 55 V.

F-Test Two-Sample for Variances

| | 0,2 M | 0,5 M |
|---------------------|----------|----------|
| Mean | 0.15575 | 0.17575 |
| Variance | 0.000214 | 0.003223 |
| Observations | 4 | 4 |
| df | 3 | 3 |
| F | 0.066477 | |
| P(F<=f) one-tail | 0.02592 | |
| F Critical one-tail | 0.107798 | |

Tabel 15. Hasil uji t nilai absorbansi pada λ_{\max} hasil pengukuran UV Vis larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,2 M dan 0,5 M pada potensial 55 V.

t-Test: Two-Sample Assuming Unequal Variances

| | 0,2 M | 0,5 M |
|------------------------------|----------|----------|
| Mean | 0.15575 | 0.17575 |
| Variance | 0.000214 | 0.003223 |
| Observations | 4 | 4 |
| Hypothesized Mean Difference | 0 | |
| Df | 3 | |
| t Stat | -0.68228 | |
| P(T<=t) one-tail | 0.272011 | |
| t Critical one-tail | 2.353363 | |

| | |
|---------------------|----------|
| P(T<=t) two-tail | 0.544023 |
| t Critical two-tail | 3.182446 |

Berdasarkan Tabel 14. diketahui nilai F hitung lebih kecil daripada nilai F kritis satu sisi sehingga H_0 diterima. Artinya, nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,2 dan 0,5 M tidak memiliki varian yang berbeda secara signifikan pada tingkat probabilitas 5%.

Data uji t pada Tabel 15 menunjukkan nilai $|t|$ hitung lebih kecil daripada nilai $|t|$ kritis satu sisi sehingga H_0 diterima. Artinya, larutan nikel hidroksida nanopartikel yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,2 dan 0,5 M memiliki ukuran nanopartikel yang sama

Tabel 16. Hasil uji F nilai absorbansi pada λ_{\max} hasil pengukuran UV Vis larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M dan 0,4 M pada potensial 55 V.

F-Test Two-Sample for Variances

| | 0,3 M | 0,4 M |
|----------------------------|-------------|----------|
| <i>Mean</i> | 0.1585 | 0.1505 |
| <i>Variance</i> | 0.003972333 | 0.000651 |
| <i>Observations</i> | 4 | 4 |
| <i>Df</i> | 3 | 3 |
| <i>F</i> | 6.101894521 | |
| <i>P(F<=f) one-tail</i> | 0.085808997 | |
| <i>F Critical one-tail</i> | 9.276628154 | |

Tabel 17. Hasil uji t nilai absorbansi pada λ_{\max} hasil pengukuran UV Vis larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M dan 0,4 M pada potensial 55 V

t-Test: Two-Sample Assuming Unequal Variances

| | 0,3 M | 0,4 M |
|---------------------|----------|----------|
| <i>Mean</i> | 0.1585 | 0.1505 |
| <i>Variance</i> | 0.003972 | 0.000651 |
| <i>Observations</i> | 4 | 4 |

| | |
|-------------------------------------|----------|
| <i>Hypothesized Mean Difference</i> | 0 |
| <i>Df</i> | 4 |
| <i>t Stat</i> | 0.235311 |
| <i>P(T<=t) one-tail</i> | 0.412762 |
| <i>t Critical one-tail</i> | 2.131847 |
| <i>P(T<=t) two-tail</i> | 0.825523 |
| <i>t Critical two-tail</i> | 2.776445 |

Berdasarkan Tabel 16. diketahui nilai F hitung lebih kecil daripada nilai F kritis satu sisi sehingga H_0 diterima. Artinya, nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum larutan nanopartikel nikel yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M dan 0,4 M tidak memiliki varian yang berbeda secara signifikan pada tingkat probabilitas 5%.

Data uji t pada Tabel 17. menunjukkan nilai |t| hitung lebih kecil daripada nilai |t| kritis satu sisi sehingga H_0 diterima. Artinya, nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum larutan nanopartikel nikel hidroksida larutan nikel hidroksida nanopartikel yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M dan 0,4 M memiliki ukuran nanopartikel yang sama

Tabel 18. Hasil uji F nilai absorbansi pada λ_{max} hasil pengukuran UV Vis larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M dan 0,5 M pada potensial 55 V.

F-Test Two-Sample for Variances

| | 0,3 M | 0,5 M |
|---------------------|----------|----------|
| Mean | 0.1585 | 0.17575 |
| Variance | 0.003972 | 0.003223 |
| Observations | 4 | 4 |
| df | 3 | 3 |
| F | 1.232527 | |
| P(F<=f) one-tail | 0.433813 | |
| F Critical one-tail | 9.276628 | |

Tabel 19. Hasil uji t nilai absorbansi pada λ_{\max} hasil pengukuran UV Vis larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3M dan 0,5 M pada potensial 55 V.

t-Test: Two-Sample Assuming Unequal Variances

| | 0,3 M | 0,5 M |
|------------------------------|----------|----------|
| Mean | 0.1585 | 0.17575 |
| Variance | 0.003972 | 0.003223 |
| Observations | 4 | 4 |
| Hypothesized Mean Difference | 0 | |
| Df | 6 | |
| t Stat | -0.40672 | |
| P(T<=t) one-tail | 0.349162 | |
| t Critical one-tail | 1.94318 | |
| P(T<=t) two-tail | 0.698324 | |
| t Critical two-tail | 2.446912 | |

Berdasarkan Tabel 18. diketahui nilai F hitung lebih kecil daripada nilai F kritis satu sisi sehingga H_0 diterima. Artinya, nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum larutan nanopartikel nikel yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M dan 0,5 M tidak memiliki varian yang berbeda secara signifikan pada tingkat probabilitas 5%.

Data uji t pada Tabel 19. menunjukkan nilai $|t|$ hitung lebih kecil daripada nilai $|t|$ kritis satu sisi sehingga H_0 diterima. Artinya, nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,3 M dan 0,5 M memiliki ukuran nanopartikel yang sama

Tabel 20. Hasil uji F nilai absorbansi pada λ_{\max} hasil pengukuran UV Vis larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,4 M dan 0,5 M pada potensial 55 V.

F-Test Two-Sample for Variances

| | 0,4 M | 0,5 M |
|----------|----------|----------|
| Mean | 0.1505 | 0.17575 |
| Variance | 0.000651 | 0.003223 |

| | | |
|----------------------------|-------------|---|
| <i>Observations</i> | 4 | 4 |
| <i>Df</i> | 3 | 3 |
| <i>F</i> | 0.20199095 | |
| <i>P(F<=f) one-tail</i> | 0.110863124 | |
| <i>F Critical one-tail</i> | 0.107797789 | |

Tabel 21. Hasil uji t nilai absorbansi pada λ_{\max} hasil pengukuran UV Vis larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,4 M dan 0,5 M pada potensial 55 V

t-Test: Two-Sample Assuming Unequal Variances

| | 0,4 M | 0,5 M |
|-------------------------------------|-------------|-------------|
| <i>Mean</i> | 0.1505 | 0.17575 |
| <i>Variance</i> | 0.000651 | 0.003222917 |
| <i>Observations</i> | 4 | 4 |
| <i>Hypothesized Mean Difference</i> | 0 | |
| <i>Df</i> | 4 | |
| <i>t Stat</i> | -0.81136495 | |
| <i>P(T<=t) one-tail</i> | 0.231337255 | |
| <i>t Critical one-tail</i> | 2.131846782 | |
| <i>P(T<=t) two-tail</i> | 0.46267451 | |
| <i>t Critical two-tail</i> | 2.776445105 | |

Berdasarkan Tabel 20. diketahui nilai F hitung lebih besar daripada nilai F kritis satu sisi sehingga H_0 ditolak. Artinya, nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimum larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,4 M dan 0,5 M memiliki varian yang berbeda secara signifikan pada tingkat probabilitas 5%.

Data uji t pada Tabel 21 menunjukkan nilai |t| hitung lebih kecil daripada nilai |t| kritis satu sisi sehingga H_0 diterima. Artinya, larutan nanopartikel nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,4 M dan 0,5 M memiliki ukuran nanopartikel yang sama

Tabel 22. Hasil uji anova pada absorbansi ($\lambda_{\max}=387$) hasil pengukuran UV-Vis larutan nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 hingga 0,5 M pada potensial 55 V.

Anova: Single Factor

SUMMARY

| <i>Groups</i> | <i>Count</i> | <i>Sum</i> | <i>Average</i> | <i>Variance</i> |
|---------------|--------------|------------|----------------|-----------------|
| Column 1 | 4 | 0.48 | 0.12175 | 0.00417 |
| Column 2 | 4 | 0.62 | 0.15575 | 0.00021 |
| Column 3 | 4 | 0.63 | 0.1585 | 0.00397 |
| Column 4 | 4 | 0.60 | 0.1505 | 0.00065 |
| Column 5 | 4 | 0.70 | 0.17575 | 0.00322 |

ANOVA

| <i>Source of Variation</i> | <i>SS</i> | <i>df</i> | <i>MS</i> | <i>F</i> | <i>P-value</i> | <i>F crit</i> |
|----------------------------|-----------|-----------|-----------|----------|----------------|---------------|
| Between Groups | 0.00614 | 4 | 0.00153 | 0.62796 | 0.64994 | 3.05556 |
| Within Groups | 0.03670 | 15 | 0.00244 | | | |
| Total | 0.04285 | 19 | | | | |

Nilai F lebih kecil dari pada F tabel jadi menunjukkan hasil yang didapat tidak berbeda secara signifikan. Uji lanjut BNT/LSD (Least Significant Diffrence) adalah salah satu jenis uji analisis lanjut yang diperlukan apabila dalam uji avova mengidentifikasi adanya perbedaaan yang signifikan antar perlakuan. Nilai BNT yang didapatkan 0,08060

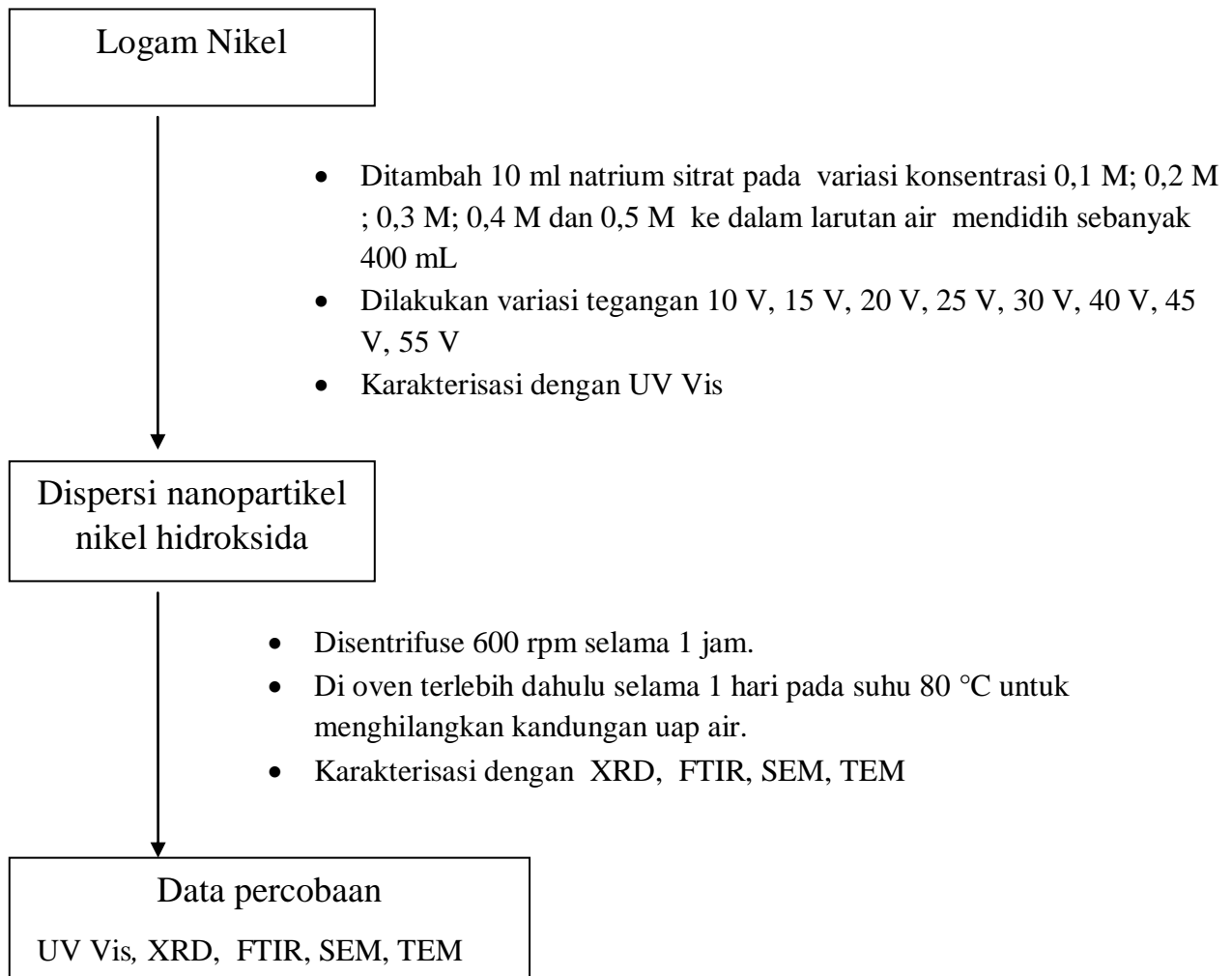
Tabel 23. Hasil uji BNT pada absorbansi ($\lambda_{\max}=387$) hasil pengukuran UV-Vis larutan nikel hidroksida yang disintesis dengan konsentrasi natrium sitrat 0,1 hingga 0,5 M pada potensial 55 V.

| Konsentrasi | Average | Notasi |
|-------------|---------|--------|
| 0,1 | 0,12175 | a |
| 0,2 | 0,15575 | b |
| 0,3 | 0,15850 | b |
| 0,4 | 0,15050 | b |
| 0,5 | 0,17575 | c |

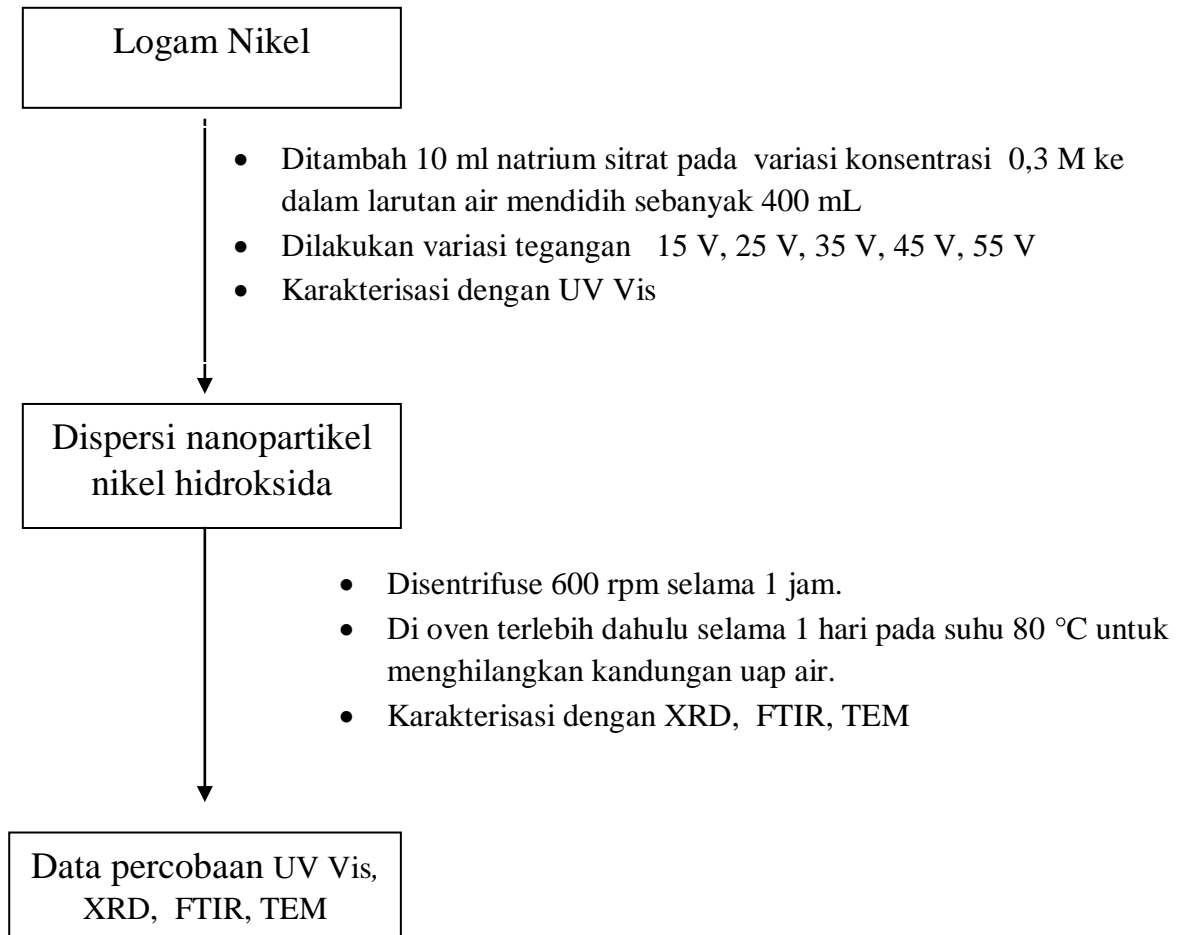
Huruf yang sama pada kolom notasi di dalam tabel 4.23 menunjukkan tidak ada perbedaan secara signifikan (konsentrasi 0,2 M ;0,3 M ;0,4M) notasi c merupakan (konsentrasi natrium sitrat 0,5 M) menghasilkan nilai absorbansi paling tinggi.

LAMPIRAN C

Prosedur kerja: Sintesis nanopartikel nikel hidroksida dari logam nikel secara elektrokimia menggunakan tegangan tinggi



Prosedur kerja : Sintesis nanopartikel nikel hidroksida dengan metode sonikasi tanpa penambahan surfaktan CTAB dari logam nikel secara elektrokimia menggunakan tegangan tinggi



Prosedur kerja : Sintesis nanopartikel nikel hidroksida dengan metode sonikasi dan penambahan surfaktan CTAB dari logam nikel secara elektrokimia menggunakan tegangan tinggi

