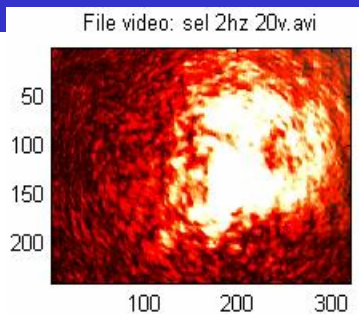
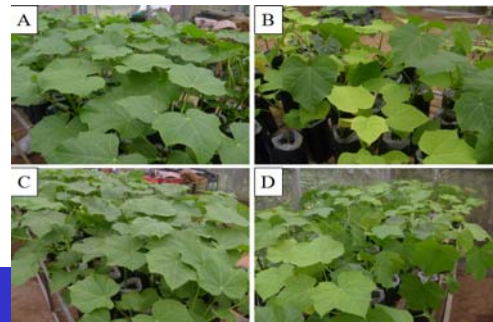
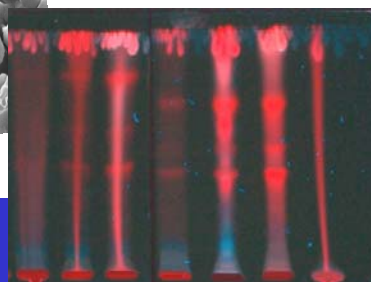
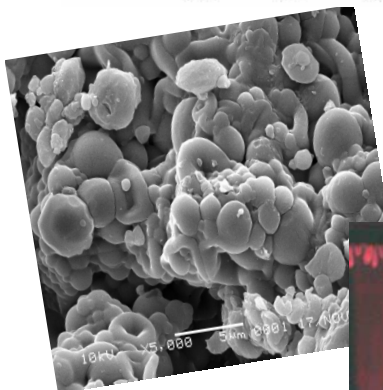
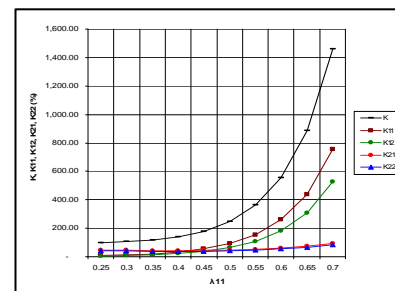


SEMINAR NASIONAL SAINS III 13 NOVEMBER 2010

Sains Sebagai Landasan Inovasi Teknologi dalam Pertanian dan Industri



PROSIDING



BOGOR, DESEMBER 2010



ISBN: 978-979-95093-6-9

SEMINAR NASIONAL SAINS III

13 NOVEMBER 2010

Sains Sebagai Landasan Inovasi Teknologi dalam Pertanian dan Industri

PROSIDING

DEWAN EDITOR

ENCE DARMO JAYA SUPENA
ENDAR HASAFAH NUGRAHANI
HAMIM
HASIM
INDAHWATI
KIAGUS DAHLAN



**Fakultas MIPA – Institut Pertanian Bogor
bekerja sama dengan
MIPAnet**



2010

Copyright© 2010

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA), Institut Pertanian Bogor (IPB)
Prosiding Seminar Nasional Sains III ***"Sains Sebagai Landasan Inovasi Teknologi
dalam Pertanian dan Industri"*** di Bogor pada tanggal 13 November 2010

Penerbit : FMIPA-IPB, Jalan Meranti Kampus IPB Dramaga, Bogor 16680

Telp/Fax: 0251-8625481/8625708

<http://fmipa.ipb.ac.id>

Terbit 30 Desember 2010

ix + 427 halaman

ISBN: 978-979-95093-6-9

KATA PENGANTAR

Ketahanan pangan dan kemandirian energi merupakan isu sentral nasional dan dunia untuk mengimbangi terus bertambahnya jumlah penduduk, semakin menyempitnya lahan yang disertai tidak terlalu signifikannya peningkatan produktivitas pertanian, ditambah lagi dengan masalah global menurunnya kualitas lingkungan. Untuk mengatasi permasalahan-permasalahan ini tentunya dibutuhkan inovasi-inovasi. Inovasi akan menjadi lebih bermakna dan berhasil guna bila berlandaskan kepada sains dan teknologi.

Banyak perguruan tinggi dan lembaga litbang departemen atau bahkan divisi litbang di perusahaan terus melakukan penelitian dan pengembangan yang didasarkan pada pemanfaatan dan pengembangan sains dan teknologi untuk mengembangkan dan menghasilkan inovasi-inovasi dalam upaya untuk meningkatkan produktivitas serta meningkatkan nilai tambah. Seminar Nasional Sains III (2010) yang diselenggarakan atas kerjasama FMIPA-IPB dan MIPAnet, diharapkan menjadi sarana dan upaya untuk menjalin komunikasi antar pelaku dan institusi yang terlibat untuk mengoptimalkan pemanfaatan sains sebagai landasan dalam mengembangkan dan menghasilkan inovasi-inovasi dalam upaya menjawab tantangan ketahanan pangan dan kemandirian energi. MIPAnet adalah Jaringan Kerjasama Nasional Lembaga Pendidikan Tinggi Bidang MIPA yang didirikan pada tanggal 23 Oktober 2000.

Makalah-makalah hasil penelitian dipresentasikan pada empat kelas paralel yaitu *Biological Science*, *Biochemistry*, *Chemistry*, serta *Physics & Mathematical Science*. Selain itu beberapa makalah juga ditampilkan pada sesi Poster. Makalah-makalah tersebut sebagian besar merupakan isi dari prosiding ini. Seminar dihadiri oleh peneliti dari balitbang-balitbang terkait dan dosen-dosen perguruan tinggi, mahasiswa pascasarjana serta guru-guru SMA.

Ucapan terima kasih disampaikan kepada FMIPA-IPB dan MIPAnet yang telah mendukung penuh kegiatan Seminar Nasional Sains III ini. Juga kepada Panitia Seminar, para mahasiswa, dan semua pihak yang telah mensukseskan acara seminar ini. Kami juga sangat berterima kasih kepada semua pemakalah atas kerjasamanya, sehingga memungkinkan prosiding ini terbit. Semoga prosiding ini bermanfaat bagi semua pihak.

Bogor, Desember 2010

Dekan FMIPA-IPB,

Dr. drh Hasim, DEA

DAFTAR ISI

No.	Penulis	Judul	Hal
Biological Science			1
1	Turati, Miftahudin, Ida Hanarida	Penapisan Galur-galur Padi Toleran Cekaman Aluminium pada Populasi RIL F7 Hasil Persilangan antara Padi Var IR64 dan Hawara Bunar	2
2	Dedi Suryadi, Miftahudin, Ida Hanarida	Penapisan Galur-galur Padi Toleran Cekaman Besi pada Populasi RIL F7 Hasil Persilangan antara Padi Var IR64 dan Hawara Bunar	12
3	Riana Murti Handayani, Gayuh Rahayu, Jonner Situmorang	Interaksi Kultur Tunas <i>in vitro</i> <i>Aquilaria</i> spp. dengan Hifomiset (<i>Acremonium</i> spp.)	19
4	Ahmad Basri, Hamim, Nampiah Sukarno	Teknik Perkecambahan dan Respon Beberapa Aksesori Jarak Pagar terhadap Aplikasi Pupuk Hayati Selama Pemantapan Bibit	28
5	Martha Sari, Hamim	Jarak Pagar (<i>Jatropha curcas</i> L.) sebagai Sumber Senyawa Metabolit Sekunder Antimikrob Alternatif	36
6	Jeni, Hamim, Aris Tjahjoleksono, Ida Hanarida Soemantri	Viabilitas dan Efektifitas Pupuk Hayati dari Beberapa Teknik Pengeringan dan Lama Penyimpanan	50
7	Risa Swandari Wijihastuti, Tatik Chikmawati, Miftahudin	Optimasi Lingkungan Tumbuh Mikroalga dari Kawah Ratu Sukabumi yang Berpotensi sebagai Sumber Biodiesel	61
8	Suprihatin, Muhammad Romli, Andes Ismayana	Kajian Produksi Mikroalga dengan Media Limbah Cair Rumah Pemotongan Hewan	68
9	Yahmi Ira Setyaningrum, Hamim, Dorly	Respon Morfologi Buah dan Kemunculan Getah Kuning terhadap Aplikasi Kalsium secara Eksternal pada Buah Manggis (<i>Garcinia mangostana</i>)	80
10	Ari Fina Bintarti, Iman Rusmana, Dave B. Nedwell	Aktivitas Oksidasi Metan dan Akumulasi Ammonium Isolat Bakteri Metanotrof Asal Sawah	89
11	Anthoni Agustien	Produksi Protease Serin dari Sel Amobil <i>Brevibacillus agri</i> A-03 dengan Matriks Alginat	99
12	Rahmat Hidayat, Usamah Afiff, Fachriyan Hasmi Pasaribu	Pemeriksaan Serologik Brucellosis dan Mikrobiologik Susu di Peternakan Sapi Perah Kabupaten Bogor dan Sukabumi	108

No.	Penulis	Judul	Hal
13	Tania June	Perubahan Iklim: Observasi Fungsi <i>Supply</i> dan <i>Demand</i> terhadap CO ₂ pada Tanaman dan Implikasinya	118
14	Baba Barus, U. Sudadi, B. Tahjono, L.O.S. Iman	Pengembangan Geoindikator untuk Penataan Ruang	133
15	Wien Kusharyoto, Martha Sari	Ekspresi Fragmen Antibodi Fab yang Spesifik terhadap Virus Dengue DEN-2 di <i>Escherichia coli</i>	145
Biochemistry			153
1	Dyah Iswantini, Latifah K Darusman, Lany Yulinda	Daya Inhibisi Ekstrak Pegagan, Kumis kucing, Sambilotto dan Tempuyung terhadap Aktivitas ACE secara <i>In vitro</i>	154
2	Christofferus SY, Dyah Iswantini	Daya Inhibisi Ekstrak Rimpang Jahe Merah dan Kulit Kayu Manis terhadap Aktivitas Enzim Siklooksigenase-2 dan Enzim Xantin Oksidase secara <i>In vitro</i>	163
3	Anggi Susanti, Dyah Iswantini	Kinetika Inhibisi Ekstrak Tempuyung (<i>Sonchus oleraceus</i> L.) terhadap Enzim Xantin Oksidase secara <i>In Vitro</i>	172
4	Dyah Iswantini, Deden Saprudin, R Aghyar Rudita	Pengaruh Ekstrak Bangle (<i>Zingiber cassumunar</i> Roxb.) terhadap Aktivitas Enzim Kolesterol Oksidase secara <i>In vitro</i>	181
5	Rini Madyastuti Purwono, Bayu Febram Prasetyo, Ietje Wientarsih	Aktivitas Diuretik Fraksi Etil Asetat Ekstrak Etanol Daun Alpukat (<i>Persea americana</i> mill.) pada Tikus Sprague-Dawley	190
6	Eti Rohaeti, Irmanida Batubara, Anastasia Lieke LDN, Latifah K Darusman	Potensi Ekstrak <i>Rhizophora</i> sp sebagai Inhibitor Tirosinase	196
7	Popi Asri Kurniatin, Laksmi Ambarsari, Juliana	Komposisi dan Aktivitas Bioflokulan dari <i>Flavobacterium</i> sp.	202
Chemistry			212
1	Muhammad Bachri Amran	Metoda Analisis Ion Besi Berbasis <i>Cyclic-Flow Injection Analysis</i> (cy-FIA) sebagai Suatu Usaha Menuju Analisis Kimia Ramah Lingkungan (<i>Green Analytical Chemistry</i>)	213

No.	Penulis	Judul	Hal
2	Purwantiningsih Sugita, Tuti Wukirsari, Tetty Kemala, Bayu Dwi Aryanto	Perilaku Disolusi Mikrokapsul Ketoprofen-Alginat Berdasarkan Ragam Konsentrasi Surfaktan	221
3	Purwantiningsih Sugita, Yunia Anggi Setyani, Tuti Wukirsari, Bambang Srijanto	Dissolution Behavior of Ketoprofen Double Coated by Chitosan-Gum Guar with Alginat-CaCl ₂	230
4	Dwi Wahyono, Purwantiningsih Sugita, Laksmi Ambarsari	Sintesis Nanopartikel Kitosan dengan Metode Ultrasonikasi dan Sentrifugasi serta Karakterisasinya	241
5	Siti Latifah, Purwantiningsih Sugita, Bambang Srijanto	Stabilitas Mikrokapsul Ketoprofen Tersalut Kitosan-Alginat	248
6	Salih Muharam, Purwantiningsih Sugita, Armi Wulanawati	Adsorption of Au (III) onto Chitosan Glutaraldehyde Cross-linked in Cyanide Solution	260
7	Wulandari Kencana Wardani, Purwantiningsih Sugita, Bambang Srijanto	Sintesis dan Karakterisasi Glukosamina Hidroklorida Berbasis Kitosan	271
8	Setyoningsih, Akhiruddin M, Deden S	Kajian Penggunaan Asam Oleat dan Teknik Hidrotermal pada Sintesis Nanokristal Magnetit	282
9	Sugiarti, S.; Abidin, Z.; Shofwatunnisaa ; Widyastana, P.; Hediana, N	Sintesis Nanokomposit Beberapa Material Clay/TiO ₂ dari Bahan Dasar Kaolin Indonesia	288
10	Sugiarti, S.; Abidin, Z.; Henmi, T	Zeolit/TiO ₂ Nanokomposit sebagai Fotokatalis pada Penguraian Biru Metilena	298
11	Syafii, F; Sugiarti, S; Charlena	Modifikasi Zeolit Melalui Interaksi dengan Fe(OH) ₃ untuk Meningkatkan Kapasitas Tukar Anion	307
Physics			316
1	Wiwis S., Agus Rubiyanto	Pengembangan Metode Penyetabil Sumber Cahaya Laser He-Ne dengan Menggunakan Plat $\lambda/4$	317
2	Harmadi, Gatut Yudoyono, Mitraryana, Agus Rubiyanto, Suhariningsih	Pola Spekel Akusto-Optik untuk Pendeteksian Getaran (<i>Vibrasi</i>) Akustik pada Objek yang Bergetar	322

No.	Penulis	Judul	Hal
3	Stepanus Sahala S.	Alat Peraga Fisika Menggunakan <i>Interfacing</i> Sensor Cahaya dengan Stopwatch pada Percobaan Gerak Jatuh Bebas dalam Pembelajaran Fisika	331
4	Akhiruddin Maddu, Deni Christopel Pane, Setyanto Tri Wahyudi	Pengaruh Konsentrasi Dopan HCl pada Polianilin terhadap Karakteristik Sensor Gas Amonia (NH ₃)	341
5	M.N. Indro, R. Permatasari, A. Insani	Pembuatan Nano Alloy MgNi dengan Teknik <i>Ball Milling</i>	349
6	Rani Cahyani, Zahroul Athiyah, Kiagus Dahlan	Sintesis dan Karakterisasi Membran Polisulfon Didadah Karbon Aktif untuk Filtrasi Air	354
7	Abdul Djamil Husin, M. Misbakhussudur, Irzaman, Jajang Juansah, Sobri Effendy	Pemanfaatan dan Kajian Termal Tungku Sekam untuk Penyulingan Minyak Atsiri dari Daun Cengkeh sebagai Pengembangan Produk dan Energi Alternatif Terbarukan	364
8	S.U. Dewi, K. Dahlan, R.S. Rahayu, B.M. Bachtiar	Pengujian <i>Biphasic Calcium Phosphate</i> (BCP) dalam Sel Fibroblas	373

Mathematical Science

			381
1	Tri Handhika, Murni	Kajian Stabilitas Model Tingkat Bunga Rendleman-Bartter	382
2	Agus Santoso	Randomisasi Pemilihan Butir Awal pada Algoritma <i>Computerized Adaptive Test</i> sebagai Upaya Mengurangi <i>Item Exposure</i>	391
3	Endar H. Nugrahani	Pengaruh Parameter Tingkat Produktivitas Manusia pada Model Pertumbuhan Ekonomi Regional	401
4	Mohammad Masjkur	Perbandingan Metode Peragam Papadakis Rancangan <i>Nearest Neighbour</i>	410
5	Mohammad Masjkur	Perbandingan Rancangan Spasial <i>Nearest Neighbour</i> dan Rancangan Acak Kelompok Percobaan Pemupukan Padi Sawah	419

CHEMISTRY

SINTESIS DAN KARAKTERISASI GLUKOSAMINA HIDROKLORIDA BERBASIS KITOSAN

(Synthesis and Characterization of Glucosamine Hydrochloride Base on Chitosan)

Wulandari Kencana Wardani¹, Purwantiningsih Sugita¹ dan Bambang Srijanto²

¹ Department of Chemistry, Bogor Agricultural University,

² Agency Assessment and Application of Technology, Jakarta

Email: atiek_ps@yahoo.com

Abstract

Glucosamine hydrochloride salt is one of the amino sugars that has therapeutic properties such as anticancer, antimicrobial, and as raw material for arthritis drug. Objective of this study is to synthesize glucosamine hydrochloride in optimum condition and to characterize the product. Glucosamine hydrochloride was synthesized by reacting chitosan with 4 N HCl at 90 °C for 2 hours. The product was tested for its melting point, thin layer chromatogram (TLC), functional group analysis by Fourier transformed infrared (FTIR), crystal analysis by X-ray diffraction (XRD), and the crystal surface analysis by scanning electron microscopy (SEM). The yield was 88% in the form of white crystal with high levels of 112.8% and purity of 86.7%. The melting point was 188-190 °C. FTIR results show absorption bands of glucosamine hydrochloride. XRD results showed that crystals has low crystallinity and SEM images showed that the surface morphology was rather rough and porous. Based on these results the synthesized glucosamine hydrochloride was not pure and less crystallinity.

Keywords: chitosan, glucosamine hydrochloride

1. PENDAHULUAN

Kitosan adalah polisakarida alami yang tidak toksik dan mudah terbiodegradasi. Kitosan diperoleh dengan deasetilasi molekul kitin dalam suasana basa. Hidrolisis kitosan pada ikatan glikosida dengan bantuan asam dapat menghasilkan oligosakarida yang tersusun atas β -1,4-*N*-asetil-D-glukosamina (GlcNAc) dan glukosamina (GlcN) (Chang *et al.* 2000) dalam jumlah yang beragam (Cabrera & Cutsem 2005). Oligosakarida yang diperoleh diketahui memiliki aktivitas biologis seperti antitumor, peningkat daya tahan tubuh, antimikrob, dan banyak digunakan sebagai obat osteoarthritis (Kumar *et al.* 2005) yang biasa dikombinasikan dengan kondroitin (Tjay & Rahardja 2007). Struktur kitosan dan glukosamina hidroklorida ditampilkan pada Gambar 1.

Salah satu penelitian yang berkaitan dengan sintesis glukosamina dilakukan oleh Wijaya (2010). Wijaya (2010) melakukan optimalisasi kondisi sintesis glukosamina hidroklorida berbasis kitosan dengan ragam konsentrasi HCl serta waktu dan suhu

sintesis. Hasil optimalisasi menunjukkan bahwa HCl 4 N pada suhu 90 °C dalam selang waktu 117–158 menit. Kadar glukosamina hidroklorida yang diperoleh Wijaya (2010) sebesar 75,10–99,37%. Selain menggunakan bahan baku kitosan, glukosamina hidroklorida juga dapat disintesis dengan bahan baku kitin (Berry *et al.* 2002). Kadar yang diperoleh sebesar ≤50%. Hasil tersebut menunjukkan bahwa hidrolisis dengan bahan baku kitosan lebih efektif dibandingkan dengan kitin. Hal ini disebabkan oleh keberadaan gugus asetamida pada kitin lebih melimpah dibandingkan dengan kitosan. Selain itu, keberadaan gugus amino (-NH₂) dan hidroksil (-OH) pada kitosan meningkatkan reaktivitasnya (Masduki 2005).

Hasil sintesis glukosamina hidroklorida yang diperoleh ditentukan kadar dan kemurniannya. Penentuan kadar yang dilakukan Wijaya (2010) adalah dengan titrasi potensiometri. Gandhi & Laidler (2002) juga menentukan kadar glukosamina hidroklorida dengan metode yang sama. Kelemahan metode ini adalah selain mengukur glukosamina hidroklorida, pengotor dan hasil samping reaksi yang bersifat asam juga terukur sehingga terjadi galat positif. Oleh karena itu, diperlukan metode yang lebih selektif dalam penentuan kadar glukosamina hidroklorida agar hasil yang diperoleh lebih tepat. Metode yang dapat digunakan, di antaranya ialah spektrofotometri UV-Vis (ultraviolet-tampak) (Gaonkar *et al.* 2006), HPTLC (kromatografi lapis tipis kinerja tinggi) (Sullivan & Sherma 2005), dan HPLC (kromatografi cair kinerja tinggi) (Zhu *et al.* 2005; Roncal *et al.* 2007). Penentuan kemurnian tidak dilakukan oleh Wijaya (2010). Penentuan kemurnian pada penelitian ini dilakukan dengan HPLC.

Selain penentuan kadar dan kemurnian glukosamina hidroklorida hasil sintesis, karakterisasi perlu dilakukan untuk memastikan bahwa padatan yang diperoleh adalah glukosamina hidroklorida. Wijaya (2010) telah melakukan karakterisasi terhadap glukosamina hidroklorida hasil sintesis dengan penentuan titik leleh, indeks bias, dan analisis gugus fungsi dengan spektrofotometer FTIR (inframerah transformasi Fourier). Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa glukosamina hidroklorida memiliki titik leleh 184–191 °C, indeks bias sebesar 1,3324, dan hasil FTIR menunjukkan pita-pita yang berhubungan dengan gugus-gugus fungsi dalam senyawa glukosamina hidroklorida. Karakterisasi lebih lanjut dapat dilakukan dengan NMR (resonansi magnetik inti) (Brugnerotto *et al.* 2001; Kumirska *et al.* 2009), TLC (kromatografi lapis tipis) (Asamoah 2008), HPLC (Akmal 2005; Zhou *et al.* 2005), MALDI-TOF-MS (spektrometer massa-waktu terbang-ionisasi desorpsi laser berbantuan matriks) (Cabrera & Cutsem 2005), dan SEM (mikroskop elektron susunan) (Kumar *et al.* 2005).

Penelitian ini bertujuan melakukan sintesis glukosamina hidroklorida pada kondisi optimum Wijaya (2010) dan mengkarakterisasi hasil yang diperoleh lebih lanjut. Sintesis

pada kondisi optimum Wijaya (2010) diharapkan dapat menghasilkan glukosamina hidroklorida dengan kemurnian yang tinggi. Penentuan kadar dilakukan dengan titrasi potensiometri, kemurnian dengan HPLC, dan karakterisasi dilakukan dengan uji fisika (titik leleh), TLC, FTIR, XRD (difraksi sinar-X), dan SEM.

2. METODE PENELITIAN

2.1. Alat dan Bahan

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Departemen Kimia FMIPA IPB dan Laboratorium Teknologi Farmasi dan Medika Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (BPPT) Serpong. Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain kitosan niaga dari Bratachem dengan kadar air, kadar abu, derajat deasetilasi dan bobot molekul berturut-turut 10,67%; 0,27%; 73,76%; dan $\pm 3,7 \times 10^5$ g/mol, GlcN-HCl standar yang diperoleh dari Shanghai AI-Amin Biotech, HCl 4 N, NaOH 0,1 N, asam oksalat 0,1 N, asam asetat 0,5 N, etanol 96%, dan air distilasi. Alat-alat yang digunakan, di antaranya oven, labu bulat dua leher, kondensor, *hot plate* model 4803-02, labu Erlenmeyer, buret, pemanas listrik untuk titik leleh MelTemp, FTIR Perkin Elmer spectrumOne, pelat silika gel Merck 60 GF₂₅₄, HPLC Perkin Elmer Series 200, sentrifuga Beckman J2-21, XRD Philips PW1710, dan SEM JEOL-JSM-6063 LA.

2.2. Sintesis Glukosamina Hidroklorida (modifikasi Wijaya 2010)

Sebanyak 2 g kitosan dilarutkan dalam 30 ml asam asetat 0,5 N dalam labu bulat dua leher dengan pengadukan. Sebanyak 100 ml HCl 4 N ditambahkan setelah kitosan larut sempurna. Larutan kitosan dipanaskan perlahan-lahan sampai suhu 90 °C. Pemanasan pada suhu (90±5) °C dilakukan selama 2 jam dengan pengadukan konstan. Arang aktif (>150 mesh) ditambahkan ke larutan setelah 1 jam hidrolisis. Setelah 2 jam, larutan disaring. Filtrat yang diperoleh didinginkan pada suhu kamar. Filtrat yang telah dingin disentrifugasi dengan kecepatan 10.000 rpm selama 15 menit. Endapan yang diperoleh dicuci dengan etanol 96% kemudian disentrifugasi kembali dengan kecepatan 10.000 rpm selama 15 menit. Endapan yang diperoleh dikeringkan di oven pada suhu 40 °C. Glukosamina hidroklorida sintetis dihitung rendemennya, ditentukan kadarnya dengan titrasi potensiometri, ditentukan kemurniannya dengan HPLC, dan dikarakterisasi dengan uji fisika (titik leleh), FTIR, TLC, XRD, dan SEM. Sistem HPLC untuk penetapan kemurnian glukosamina hidroklorida menggunakan kolom SUPELCOSIL LC-18 dengan fase gerak asetonitril-dapar fosfat pH 7,2 (3:2). Laju alir 1 ml/menit dengan volume penyuntikan 50 µl, suhu kolom 40°C, dan deteksi pada panjang gelombang 210 nm.

Konsentrasi glukosamina hidroklorida standar dan hasil sintesis yang digunakan sebesar 500 mg/ml.

2.3. Titrasi Potensiometri (modifikasi Gandhi & Laidler 2002)

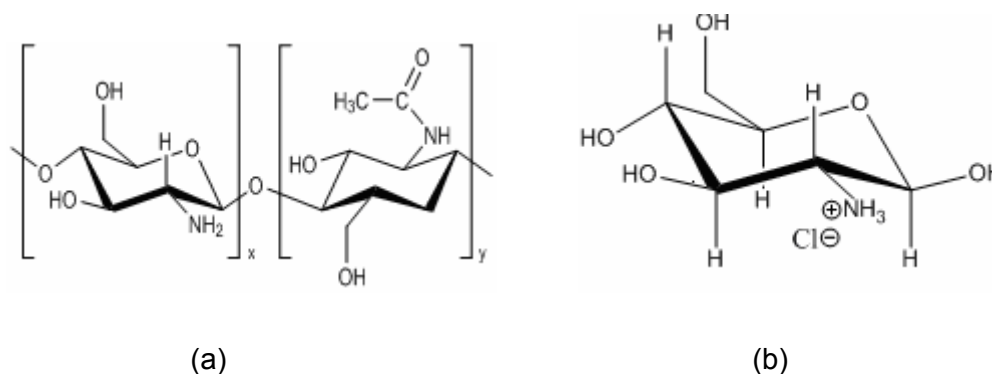
Sebanyak 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; dan 0,1 g glukosamina hidroklorida standar dilarutkan dalam 100 ml air distilasi. Larutan glukosamina hidroklorida standar dititrasi dengan NaOH 0,1 N sampai pH $9\pm 0,2$. Kurva standar dibuat dengan menghubungkan bobot glukosamina hidroklorida (g) sebagai sumbu X dengan mmol NaOH yang digunakan sebagai sumbu Y.

Sebanyak 0,05 g glukosamina hidro-klorida sintesis dilarutkan dalam 100 ml air distilasi. Larutan dititrasi dengan NaOH 0,1 N sampai pH $9\pm 0,2$. Nilai mmol NaOH yang diperoleh digunakan untuk mengetahui bobot glukosamina hidroklorida sebenarnya sehingga kadar glukosamina hidroklorida sintesis dapat diketahui.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Sintesis Glukosamina Hidroklorida

Sintesis glukosamina hidroklorida dilakukan dengan menghidrolisis kitosan dengan HCl 4 N pada suhu $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 2 jam dengan pengadukan konstan. Kitosan dilarutkan terlebih dahulu dengan asam asetat 0,5 N sebelum dihidrolisis dengan HCl 4 N karena kitosan tidak larut dalam HCl 4 N. Pelarutan dengan asam asetat juga bertujuan agar kontak antara kitosan dan HCl lebih besar daripada bila kitosan dihidrolisis dalam bentuk padatan. Penambahan arang aktif setelah 1 jam proses hidrolisis berfungsi untuk menghilangkan warna larutan. Apabila warna larutan tidak dihilangkan, glukosamina hidroklorida yang diperoleh berwarna cokelat kehitaman. Penyaringan dilakukan tepat setelah proses sintesis berlangsung (2 jam). Hal ini dilakukan untuk memisahkan arang aktif dari hidrolisat sebelum kristal glukosamina hidroklorida terbentuk. Proses penyaringan ini akan memengaruhi nilai rendemen yang diperoleh. Jika penyaringan dilakukan setelah kristal glukosamina hidroklorida terbentuk maka nilai rendemen akan lebih rendah dari yang seharusnya. Hal ini disebabkan oleh kristal glukosamina hidroklorida yang ikut tersaring.



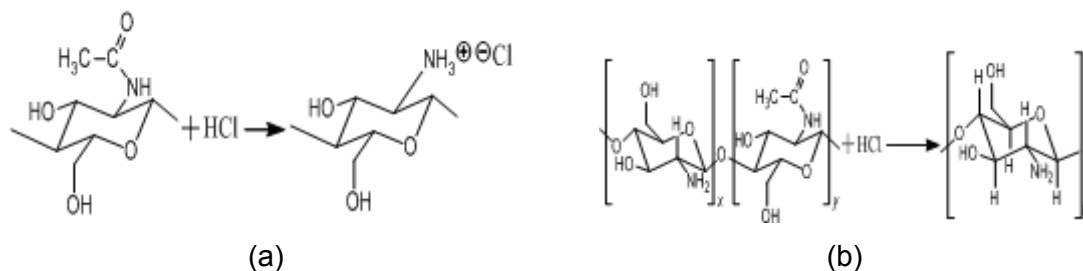
Gambar 1 Struktur kitosan ($x \geq 50\%$) (a) dan glukosamina hidroklorida (b).

Padatan glukosamina hidroklorida akan terbentuk setelah filtrat didinginkan. Proses kristalisasi dilakukan dengan penurunan suhu secara bertahap. Hal ini dilakukan agar diperoleh kristal yang sempurna, tunggal, dan murni. Padatan glukosamina hidroklorida kemudian disentrifugasi dengan kecepatan 10.000 rpm selama 15 menit untuk memisahkan kristal glukosamina hidroklorida dari filtrat. Padatan glukosamina hidroklorida dicuci dengan etanol untuk menghilangkan sisa pereaksi dan dikeringkan dalam oven pada suhu 40 °C. Gambar 2 menunjukkan padatan glukosamina hidroklorida berwarna putih. Rendemen glukosamina hidroklorida yang dihasilkan sebesar 87,93%. Rendemen yang diperoleh lebih besar dibandingkan dengan yang diperoleh Gandhi & Laidler (2002), yakni sebesar 67,5–70,43%. Hal ini menunjukkan bahwa metode yang digunakan cukup baik untuk menghidrolisis kitosan menjadi glukosamina hidroklorida.



Gambar 2 Hasil sintesis glukosamina hidroklorida.

Proses hidrolisis kitosan untuk memperoleh glukosamina hidroklorida terjadi pada dua bagian, yaitu gugus asetamida dan ikatan glikosida (Gambar 3). Hidrolisis berlangsung pada gugus asetamida terlebih dahulu kemudian dilanjutkan pada ikatan glikosida. Hal ini disebabkan ikatan glikosida (gugus fungsi eter) yang lebih lambat dibandingkan gugus asetamida. Reaksi hidrolisis ditunjukkan sebagai berikut.



Gambar 3 Reaksi hidrolisis gugus asetamida (a) dan ikatan glikosida (b)

3.2. Titrasi Potensiometri

Titration potentiometry is performed to determine the concentration of glucosamine hydrochloride in the synthesis product. The concentration determination is done using an external standard. The linear equation obtained is $3,341x + 0,010$ with a value of r^2 of 0,996. The concentration of glucosamine hydrochloride in the synthesis product is 112,75%. The concentration obtained is higher than that obtained by Wijaya (2010) of 75,10–99,37% and Gandhi & Laidler (2002) of 95,31–104%.

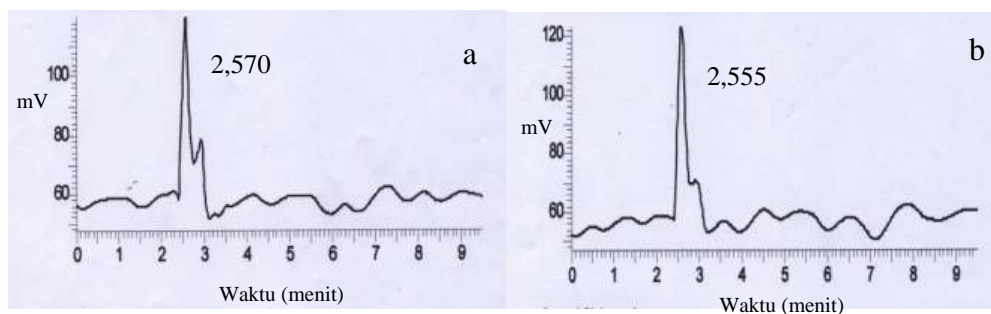
This is caused by the difference in crystallization technique. Wijaya (2010) and Gandhi & Laidler (2002) performed crystallization with the addition of ethanol, while the one performed in this research was done with a gradual decrease in temperature. The presence of HCl or acetic acid that remains in the synthesis product is also a cause of its high concentration of glucosamine hydrochloride. Therefore, the washing process must be repeated several times to eliminate the acid residue.

3.3. Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

Purity determination using HPLC is done using the partition chromatography technique, namely with a stationary phase of nonpolar and a mobile phase of polar. The normal phase chromatography process runs by eluting nonpolar components first, while other components that are more polar will be retained longer in the column. The flow rate of the mobile phase used is isocratic, namely the volume ratio of the mobile phase is always constant during the separation process. The results show that the standard glucosamine hydrochloride (Figure 4a) has a retention time of 2,570 minutes and the synthesized glucosamine hydrochloride (Figure 4b) has a retention time of 2,555 minutes. This similarity in retention time indicates that the same compound is present in the synthesized glucosamine hydrochloride and the standard.

Purity can be calculated by comparing the area of the synthesis product with the area of the standard (Table 1). The purity obtained is 86,70%. This indicates that in the synthesized glucosamine hydrochloride, there is still HCl and acetic acid. This is in accordance with the concentration determination results of glucosamine hydrochloride.

dengan titrasi potensiometri. Selain dengan pencucian hasil sintesis dengan etanol, kemurnian dapat ditingkatkan dengan teknik rekristalisasi. Prinsip rekristalisasi adalah melarutkan zat terlarut dalam pelarut yang cocok pada suhu tinggi (pada atau dekat titik didih pelarutnya) untuk mendapatkan larutan tepat jenuh atau hampir jenuh. Ketika larutan perlahan didinginkan, kristal akan terbentuk karena kelarutan padatan biasanya menurun bila suhu diturunkan. Pengotor diharapkan tidak ikut mengkristal karena konsentrasinya dalam larutan sangat rendah.



Gambar 4 Kromatogram cair kinerja tinggi hasil sintesis (a) dan standar (b). Kolom: SUPELCOSIL LC-18 (25 cm × 4,6 mm × 5 μm), fase gerak asetonitril-dapar fosfat pH 7.2 (3:2), laju alir 1 ml/menit, volume penyuntikan 50 μl, dan deteksi dengan detektor UV pada panjang gelombang 210 nm.

Tabel 1 Waktu retensi glukosamina hidroklorida standar dan hasil sintesis

Glukosamina hidroklorida	Standar	Hasil sintesis
Waktu retensi (menit)	2,570	2,555
Luas area	964029,46	835813,96

3.4. Sifat Fisik (Titik Leleh)

Hasil pengujian titik leleh dapat dilihat pada Tabel 2. Berdasarkan data pada Tabel 2, hasil sintesis yang diperoleh lebih baik dibandingkan dengan hasil sintesis Wijaya (2010). Titik leleh yang diperoleh oleh Wijaya (2010) ialah 184–191 °C, sedangkan titik leleh hasil sintesis 188–190 °C. Rentang titik leleh yang diperoleh Wijaya (2010) cukup besar. Hal ini menunjukkan bahwa glukosamina hidroklorida yang dihasilkan Wijaya (2010) masih mengandung banyak campuran oligomer. Rentang titik leleh glukosamina hidroklorida hasil sintesis yang diperoleh cukup kecil. Hal ini menunjukkan bahwa terkandung sedikit campuran oligomer. Titik leleh glukosamina hidroklorida hasil sintesis juga hampir mirip dengan standar (185–189 °C). Hal ini menunjukkan bahwa prosedur sintesis yang digunakan dapat menghasilkan glukosamina hidroklorida dengan baik.

Tabel 2 Perbandingan karakterisasi glukosamina hidroklorida sintesis dan standar

Sifat Fisik	Sintesis	Standar	Wijaya (2010)
Titik leleh (dekomposisi)	188-190°C	185-189°C	184-191°C

3.5. Karakterisasi Glukosamina Hidroklorida

3.5.1. Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Analisis kualitatif dengan KLT dilakukan dengan membandingkan faktor retardasi (R_f) glukosamina hidroklorida sintesis dengan standar. Kromatogram lapis tipis glukosamina hidroklorida menunjukkan nilai R_f senyawa 1 standar sebesar 0,9024 dan hasil sintesis sebesar 0,8902. Nilai R_f yang diperoleh tidak berbeda nyata. Hal ini menunjukkan bahwa pada glukosamina hidroklorida hasil sintesis terdapat senyawa yang sama dengan standar. Nilai R_f senyawa 2 standar menunjukkan adanya glukosamina hidroklorida dalam bentuk oligomer yang memiliki R_f 0,3415, sedangkan glukosamina hidroklorida sintetik tidak menunjukkan adanya senyawa 2. Berdasarkan nilai R_f dan kepolaran larutan pengembang, senyawa 1 memiliki kepolaran lebih besar dari senyawa 2 karena lebih mudah terelusi dibandingkan senyawa 2.

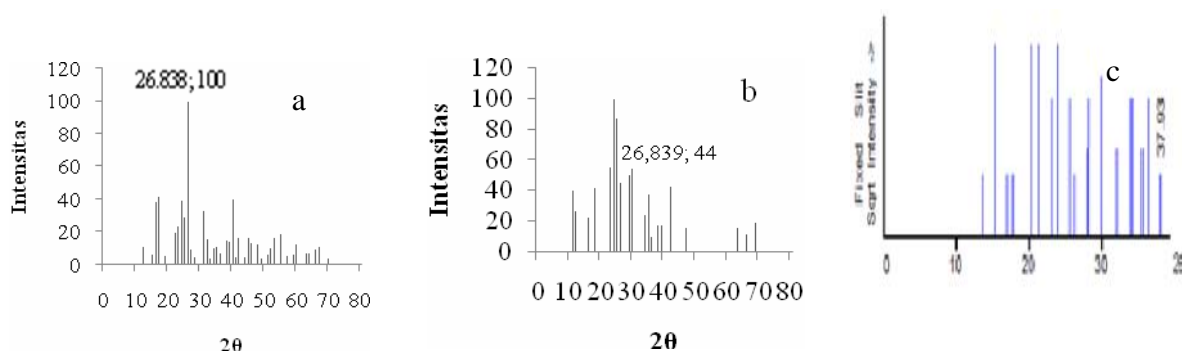
3.5.2. Inframerah Transformasi Fourier

Spektrum FTIR glukosamina hidroklorida sintetik memperlihatkan pita serapan pada 3400 cm^{-1} . Pita ini merupakan pita serapan ulur O-H yang lebih dominan dibandingkan dengan ulur N-H. Keberadaan ikatan N-H ditandai dengan pita pada 1625 dan 1518 cm^{-1} yang merupakan pita khas dari tekuk N-H. Monomer glukosamina hidroklorida akan menunjukkan pita pada 3350 cm^{-1} sedangkan bila berbentuk polimer, pita akan semakin mendekati 3450 cm^{-1} . Selain pita pada 3350 cm^{-1} , monomer glukosamina hidroklorida juga ditunjukkan dengan adanya pita pada 1420 cm^{-1} (Brugnerotto 2001). Spektrum FTIR glukosamina hidroklorida sintetik menunjukkan adanya pita pada 1416 cm^{-1} sedangkan standar pada 1421 cm^{-1} . Hal ini menunjukkan bahwa pada glukosamina hidroklorida hasil sintesis terkandung monomer glukosamina hidroklorida. Pita serapan asimetris tekuk N-H ditunjukkan pada 1625 cm^{-1} sedangkan pita serapan simetris tekuk N-H ditunjukkan pada 1518 cm^{-1} . Pita serapan ulur C-N ditunjukkan pada 1384 cm^{-1} (Silverstein *et al.* 2005). Pita serapan ulur CH_2 ditunjukkan pada 2893 cm^{-1} dan 2944 cm^{-1} sedangkan 643 cm^{-1} menunjukkan tekuk CH_2 . Pita pada 1091 cm^{-1} menunjukkan pita serapan ikatan glikosida. Pita serapan ikatan glikosida yang ditunjukkan pada glukosamina hidroklorida standar dan hasil sintesis hampir sama. Hal ini menunjukkan bahwa keberadaan ikatan glikosida pada standar dan hasil sintesis sama.

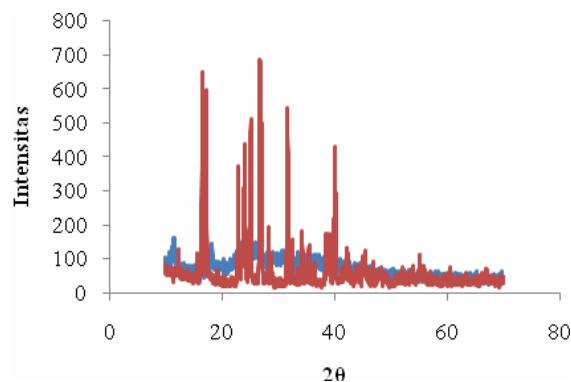
Hal ini sesuai dengan hasil analisis dengan KLT yang menunjukkan adanya oligomer dalam kristal glukosamina hidroklorida standar maupun hasil sintesis. Keberadaan ikatan glikosida ini menunjukkan bahwa proses hidrolisis tidak dapat memutuskan ikatan glikosida secara menyeluruh. Hal ini disebabkan oleh sifat ikatan glikosida (gugus fungsi eter) yang lembam.

3.5.3. X-Ray Diffraction

Bentuk kristal glukosamina hidroklorida diamati dengan menggunakan pola XRD. Difraktogram sinar-X dapat diamati pada Gambar 5a (standar), 5b (hasil sintesis), dan 5c (kitosan). Difraktogram sinar-X glukosamina hidroklorida hasil sintesis menunjukkan banyak perubahan nilai 2θ bila dibandingkan dengan kitosan walaupun masih terdapat beberapa 2θ yang menunjukkan keberadaan kitosan. Keberadaan kitosan pada glukosamina hidroklorida hasil sintesis juga merupakan salah satu pengotor yang menyebabkan kemurnian yang diperoleh hanya 86,70%. Nilai 2θ yang khas untuk glukosamina hidroklorida ditunjukkan pada 26,839 dengan intensitas 100% untuk standar dan 44% untuk hasil sintesis. Perbedaan intensitas pada hasil sintesis dan standar disebabkan oleh perbedaan tingkat kristalinitas. Nilai intensitas hasil sintesis yang rendah menunjukkan bahwa kristalinitas glukosamina hidroklorida hasil sintesis sangat rendah. Hal ini didukung oleh pola difraktogram pada Gambar 6. Pola difraksi glukosamina hidroklorida sintetik berbentuk landai, sedangkan standar menunjukkan puncak-puncak yang tajam. Ketidaktepatan kristal hasil sintesis dapat disebabkan oleh proses pembentukan kristal yang kurang baik (Domard & Cartier 1992). Hal ini juga didukung oleh foto SEM (Gambar 7).



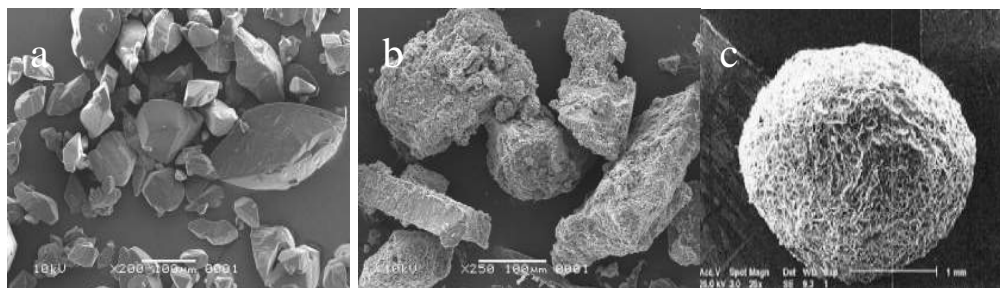
Gambar 5 Difraktogram sinar-X standar (a), hasil sintesis (b), kitosan (c).



Gambar 6 Pola difraksi sinar-X standar (—) dan hasil sintesis (—).

3.5.4. Mikroskop Elektron Susuran

Foto SEM standar (Gambar 7a) menunjukkan permukaan yang halus, sedangkan glukosamina hidroklorida hasil sintesis (Gambar 7b) menunjukkan permukaan yang kasar dan sedikit berpori. Morfologi permukaan glukosamina hidroklorida hasil sintesis masih menunjukkan kesamaan dengan permukaan kitosan (Gambar 7c), yaitu kasar dan berpori, tetapi pori pada permukaan glukosamina hidroklorida hasil sintesis telah berkurang. Perbedaan hasil yang diperoleh antara standar dan hasil sintesis dapat disebabkan oleh berbedanya mutu bahan baku, mutu pereaksi, dan kondisi reaksi.



Gambar 7 Foto SEM glukosamina hidroklorida standar (a), hasil sintesis (b), dan kitosan (c).

4. KESIMPULAN

Sintesis glukosamina hidroklorida dilakukan dengan menghidrolisis kitosan dengan HCl 4 N pada suhu 90 °C selama 120 menit. Hasil yang diperoleh berupa padatan putih dengan titik leleh 188–190 °C. Rendemen yang diperoleh sebesar 87,93% dengan kadar glukosamina hidroklorida 112,75% dan kemurnian sebesar 86,70% sehingga perlu dilakukan tahap pemurnian. Keberadaan glukosamina hidroklorida pada hasil sintesis didukung oleh hasil karakterisasi yang dilakukan dengan uji titik leleh, FTIR, TLC, SEM, dan XRD.

DAFTAR PUSTAKA

- Akmal. 2005. Pengembangan metode kromatografi cair kinerja tinggi untuk penentuan kadar glukosamina bahan baku dan dalam sediaan [tesis]. Bandung: Fakultas Farmasi, Institut Teknologi Bandung.
- Asamoah R. 2008. Determination of glucosamine in drug formulation [tesis]. Ghana: Fakultas farmasi dan obat-obatan, Universitas Ilmu dan Teknologi Kwame Nkrumah.
- Berry A, Burlingame RP, Millis JR, penemu; Patent Application Publication. 31 Okt 2002. Process for production of *N*-glucosamine. US patent 0160459 A1.
- Brugnerotto J *et al.* 2001. An infrared investigation in relation with chitin and chitosan characterization. *Polymer* 42:3569-3580.
- Cabrera JC, Cutsem PV. 2005. Preparation of chitooligosaccharides with degree of polymerization higher than 6 by acid or enzymatic degradation of chitosan. *Biochem Eng J* 25:165-172.
- Chang KLB, Lee J, Fu WR. 2000. HPLC analysis of *N*-acetyl-oligosaccharides during the acid hydrolysis of chitin. *J Food Drug Anal* 8:75-83.
- Domard A, Cartier N. 1992. Glucosamine oligomer: Solid state-crystallization and sustained dissolution. *Int J Biol Macromol* 14:100-106.
- Gandhi N, Laidler JK, penemu; United States Patent Document. 26 Nov 2002. Preparation of glucosamine hydrochloride. US patent 6486307.
- Gaonkar P *et al.* 2006. Spectrophotometric method for determination of glucosamine in tablets. *Indian J Pharm Sci* 68:83-84.
- Kumar ABV *et al.* 2005. Characterization of chito-oligosaccharides prepared by chitosan analysis with the aid of papain and Pronase, and their bactericidal action against *Bacillus cereus* and *Escherichia coli*. *Biochem J* 391:167-175.
- Kumirska J *et al.* 2008. Determination of the pattern of acetylation of low-molecular-weight chitosan used in biomedical applications. *J Pharm Biomed Anal* 50:587-590.
- Masduki. 2005. Optimasi depolimerisasi kitosan [skripsi]. Bogor: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor.
- Roncal T *et al.* 2007. High yield production of monomer-free chitosan oligosaccharides by pepsin catalyzed hydrolysis of a high deacetylation degree chitosan. *Carbohydr Res* 342:2750-2756.
- Silverstein RM, Webster FX, dan Kiemle DJ. 2005. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. Ed ke-7. United States: Wiley.
- Sullivan C, Sherma J. 2005. Development and validation of an HPTLC-densitometry method for assay of glucosamine of different forms in dietary supplement tablets and capsules. *Acta Chromatogr* 15:119-130.
- Tjay TH, Rahardja K. 2007. *Obat-Obat Penting: Khasiat, Penggunaan, dan Efek-Efek Sampingnya*. Ed. ke-6. Jakarta: Gramedia Pustaka Utama.
- Wijaya DE. 2010. Optimalisasi sintesis glukosamina hidroklorida [skripsi]. Bogor: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor.
- Zhu X *et al.* 2005. Determination of glucosamine in impure chitin samples by high-performance liquid chromatography. *Carbohydr Res* 340:1732-1738.

KAJIAN PENGGUNAAN ASAM OLEAT DAN TEKNIK HIDROTERMAL PADA SINTESIS NANOKRISTAL MAGNETIT

Setyoningsih¹, Akhiruddin M², Deden S¹

¹Departemen Kimia dan ²Departemen Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Pertanian Bogor, Kampus IPB Darmaga, Bogor 16680
akhiruddin@ipb.ac.id

Abstract

The study was to synthesize and characterize magnetite nanocrystal. Magnetite powder was synthesized using hydrothermal technique from FeSO₄ as precursor and sodium hydroxide as the base sources. Characterization of the obtained powder was carried out using X-ray diffraction and scanning electron microscope. XRD analysis showed that the magnetite nanocrystal has been formed. The crystallite size of magnetite by X-ray diffraction was obtained from 18.23 to 36.93 nm. The scanning electron microscope observation showed that magnetite particles underwent agglomeration.

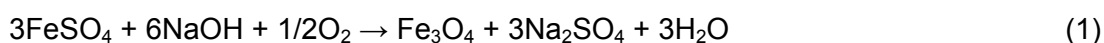
Kata kunci: nanokristal, magnetit, asam oleat, hidrotermal

1. PENDAHULUAN

Kristal magnetit merupakan material ferimagnetik yang digunakan dalam banyak aplikasi seperti perekam magnet, sistem pengangkutan obat-obatan (*drug delivery system*), katalis, ferrofluida, dan bioteknologi. Selain itu, menurut Kendelewicz *et al.* (1999), magnetit dapat digunakan sebagai penjerap Cr(VI) yang mereduksi Cr(VI) menjadi Cr(III). Atas dasar aplikasi tersebut maka sangatlah penting untuk mempertimbangkan ukuran kristal tersebut. Magnetit berorde nanometer dengan ukuran < 100 nm mulai banyak dikembangkan karena memiliki keunggulan sifat, seperti luas permukaannya yang makin besar.

Metode yang sudah dikembangkan dalam sintesis magnetit berukuran nanometer di antaranya reaksi oksidasi-reduksi besi hidroksida, penyinaran mikrogelombang besi hidroksida, teknik mikro emulsi, metode sol gel, kopresipitasi, dan teknik pemanasan hidrotermal. Menurut Byrappa & Adschiri (2007), pemanasan hidrotermal banyak digunakan karena mampu menghasilkan partikel murni dan homogen yang sangat tinggi. Liang *et al.* (2006) mensintesis magnetit dari prekursor FeSO₄ dengan menambahkan sejumlah NaOH. Pada penambahan 1 g NaOH terbentuk magnetit.

Penelitian ini mensintesis magnetit secara hidrotermal dengan FeSO₄ sebagai prekursor, NaOH sebagai sumber basa, dan asam oleat sebagai surfaktan. Reaksi pembentukan magnetit sebagai berikut:



Serbuk kristal yang terbentuk dicirikan dengan alat difraksi sinar-X (XRD) untuk penentuan ukuran kristal dan fasa kristal yang terbentuk, dan mikroskop elektron payaran (SEM) untuk pengamatan morfologi partikel. Adanya penambahan asam oleat dan penggunaan teknik hidrotermal diharapkan ukuran kristal magnetit didapatkan lebih kecil.

2. BAHAN DAN METODE

2.1. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan adalah reaktor bertekanan, XRD Shimadzu Philips, SEM Bruker, dan spektrofotometer UV-Vis 1700 PharmaSpec. Bahan yang digunakan adalah garam $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, NaOH, asam oleat, dan etanol.



Gambar 1. Reaktor bertekanan

2.2. Sintesis Nanokristal Fe_3O_4 (Magnetit)

Sintesis magnetit dibuat dengan 4 variasi. Sebanyak 0,556 g garam $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam air sampai volumenya 50 ml (larutan A) dan disiapkan larutan B dengan komposisi seperti pada Tabel 1. Selanjutnya, masing-masing larutan B dimasukkan ke dalam larutan A, kemudian direaksikan pada suhu sintesis masing-masing dengan pengadukan 500 rpm selama 10 jam. Produk yang dihasilkan didinginkan pada suhu kamar. Hasil yang berupa endapan langsung disaring, sedangkan hasil yang berupa koloid ditambahkan 50 mL etanol sampai didapatkan endapan halus, kemudian dipisahkan endapannya dengan penyaringan menggunakan kertas saring. Endapan yang diperoleh dicuci dan dikeringkan.

Tabel 1 Komposisi larutan B dan suhu sintesis

Komposisi Larutan B	Suhu Sintesis ($^{\circ}\text{C}$)	Kode Sampel
NaOH 1 g + etanol 10 ml + air sampai 50 ml	29	A
NaOH 1 g + asam oleat 2,5 ml + etanol 10 ml + air sampai 50 ml	29	B
NaOH 1 g + etanol 10 ml + air sampai 50 ml	180	C
NaOH 1 g + asam oleat 2,5 ml + etanol 10 ml + air sampai 50 ml	180	D

2.3. Pencirian XRD

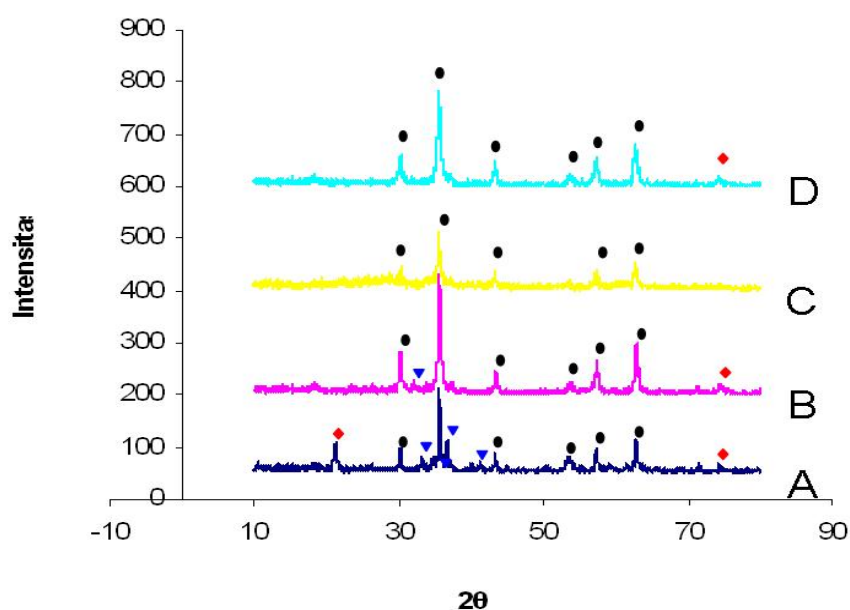
Pencirian XRD dilakukan untuk mengetahui fasa yang terdapat dalam sampel dan untuk menentukan ukuran kristal. Sekitar 200 mg sampel dicetak langsung pada aluminium berdiameter 2 cm. Sampel dikarakterisasi menggunakan alat XRD dengan lampu radiasi Cu.

2.4. Pencirian SEM

Pencirian dengan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi sampel. Sampel diletakkan pada plat aluminium yang memiliki dua sisi kemudian dilapisi dengan lapisan emas setebal 48 nm. Sampel yang telah dilapisi diamati menggunakan SEM dengan tegangan 22 kV dan perbesaran tertentu

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Penambahan asam oleat dilakukan pada sintesis sampel magnetit. Dengan penambahan asam oleat, dihasilkan produk berupa koloid pada sampel B dan D, karena terbentuk surfaktan natrium oleat. Molekul surfaktan akan menempel pada permukaan partikel dan melindungi permukaan tersebut dari pertambahan atom prekursor yang belum bereaksi. Produk yang berupa koloid dipisahkan endapannya dengan penambahan etanol. Setelah produk ditambahkan etanol dan didiamkan, endapan akan terpisah. Hal ini dikarenakan interaksi antara surfaktan garam oleat dan partikel magnetit diganggu oleh etanol sehingga magnetit ataupun goetit mengendap. Pada sampel A dan C, magnetit yang terbentuk langsung mengendap, karena tidak ada penambahan asam oleat sehingga tidak terbentuk koloid.



Gambar 2 Pola difraksi sampel (A) Magnetit NaOH suhu 29 °C, (B) Magnetit NaOH oleat suhu 29 °C, (C) Magnetit NaOH suhu 180 °C, dan (D) Magnetit NaOH oleat suhu 180 °C. (♦)Fe₃O₄, (▼) Fe₂O₃·H₂O, (●) FeSO₄.

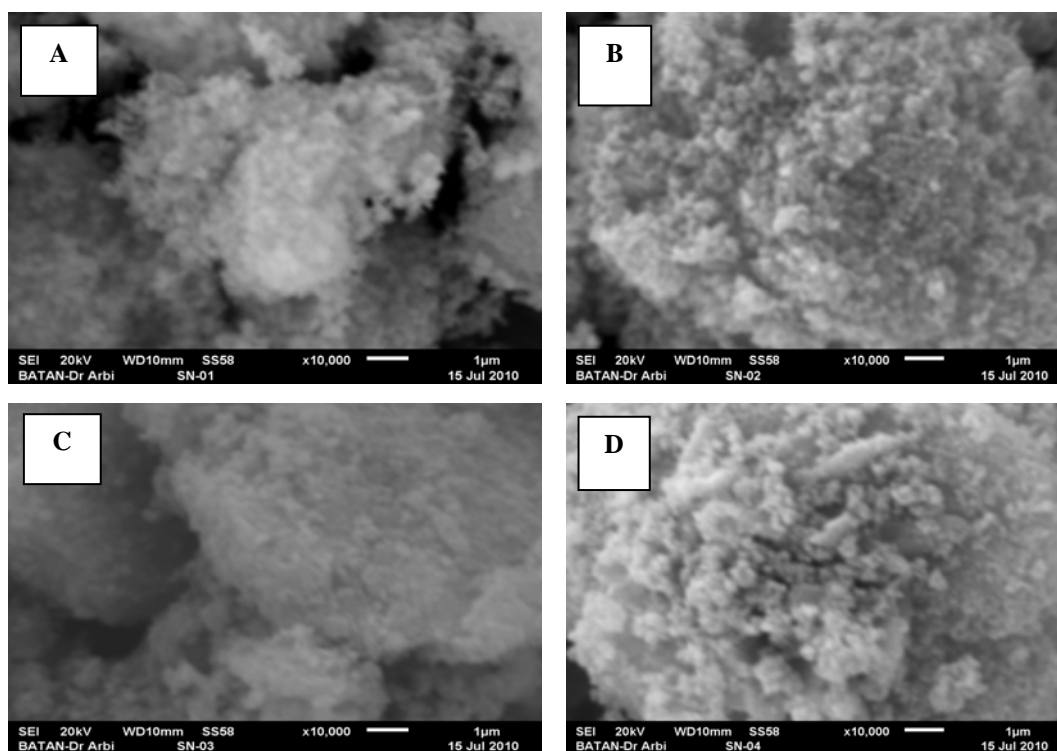
Berdasarkan pola difraksi pada Gambar 2, magnetit murni muncul pada sampel C karena NaOH yang ditambahkan hanya bereaksi dengan prekursor FeSO_4 . Pola difraksi sampel B dan D memperlihatkan adanya puncak magnetit (30,24; 35,56; 43,16; 53,48; 57,18; dan 62,88°), namun terbentuk pula goetit (74,24°). Munculnya puncak goetit pada sampel B dan D dikarenakan basa yang digunakan tidak hanya bereaksi dengan prekursor FeSO_4 , tetapi juga dengan asam oleat untuk membentuk surfaktan.

Tabel 2 Ukuran kristal magnetit

Sampel	Ukuran (nm)
A	67,34
B	43,42
C	59,00
D	36,93

Ukuran kristal magnetit dihitung dari persamaan Debye-Scherrer berdasarkan data FWHM (*full width at half maximum*) (Cullity & Stock 2001). Berdasarkan pola difraksi sampel C dan D, adanya penambahan asam oleat pada sampel D akan menghasilkan ukuran kristal lebih kecil dibandingkan dengan sampel C. Hasil perhitungan ukuran kristal magnetit diperlihatkan pada Tabel 2. Ukuran kristal magnetit yang diperoleh lebih kecil dari 100 nm maka dapat dikatakan sampel magnetit yang diperoleh adalah nanokristal. Namun, sampel tersebut belum tentu nanopartikel karena kristal yang terbentuk belum diketahui termasuk monokristal atau polikristal. Surfaktan yang dihasilkan dari asam oleat dan basa berperan melindungi permukaan partikel dari prekursor lain sehingga mencegah terjadinya pertumbuhan kristal (Yin *et al.* 2004). Menurut Cullity & Stock (2001), partikel dapat tersusun dari banyak kristal maupun kristal tunggal.

Fungsi lain penambahan asam oleat adalah sebagai pencegah terjadinya aglomerasi antarpartikel. Morfologi sampel dapat dilihat dari hasil SEM. Hasil SEM pada Gambar 3 memperlihatkan perbedaan morfologi partikel. Foto SEM sampel dilihat dengan perbesaran 10000 kali. Pada foto sampel B dan D, partikel magnetit yang terbentuk terlihat sedikit lebih terpisah dibandingkan dengan sampel A dan C. Hal ini disebabkan oleh adanya surfaktan garam oleat yang melapisi partikel sampel B dan D. Surfaktan yang melapisi partikel di samping mencegah terjadinya pertumbuhan kristal, juga menghindari penggumpalan partikel membentuk aglomerasi yang lebih besar (Abdullah *et al.* 2008). Namun, penambahan asam oleat pada sintesis terlampaui sedikit, sehingga partikel sampel B dan D masih agak teraglomerasi. Selain itu, menurut Zhao & Asuha (2010), aglomerasi dapat juga terjadi karena adanya interaksi magnetik antarpartikel magnetit.



Gambar 3 Morfologi SEM sampel (A) Magnetit NaOH suhu 29 °C, (B) Magnetit NaOH oleat suhu 29 °C, (C) Magnetit NaOH suhu 180 °C, (D) Magnetit NaOH oleat suhu 180 °C.

Sintesis magnetit dilakukan tanpa teknik hidrotermal (29 °C) dan dengan teknik hidrotermal pada suhu 180 dan 300 °C. Pada sintesis magnetit tanpa teknik hidrotermal dengan penambahan 1 g NaOH (sampel A) dapat dihasilkan kristal magnetit, tapi tidak optimal karena masih adanya sisa prekursor FeSO_4 . Pola difraksi kristal magnetit ditunjukkan pada sudut 2θ sebesar 30,24; 35,56; 43,16; 53,48; 57,18; dan 62,88°, serta prekursor FeSO_4 sebesar 36,66; 41,08; 59,18; dan 62,26°. Selain itu, pada pola difraksi sampel A terbentuk pula kristal goetit (21,2; 33,26; 71,5; dan 74,32°). Pada sampel A munculnya goetit dan prekursor FeSO_4 karena reaksi kimia tidak berlangsung sempurna pada suhu rendah (Gambar 2). Sintesis magnetit menggunakan teknik hidrotermal (suhu 180 °C) dengan penambahan 1 g NaOH menghasilkan kristal magnetit murni (sampel C). Hasil XRD ditunjukkan terbentuknya puncak-puncak magnetit saja pada sampel C (Gambar 2). Hal ini sesuai dengan pernyataan Byrappa & Adschiri (2007) bahwa penggunaan teknik hidrotermal mampu menghasilkan produk yang lebih murni. Selain itu, reaksi pada suhu tinggi akan menghasilkan reaksi yang sempurna.

Selanjutnya, jika membandingkan sampel A dan C, penggunaan teknik pemanasan hidrotermal akan menghasilkan ukuran kristal magnetit lebih kecil (Tabel 2). Hal ini disebabkan perlakuan hidrotermal pada suhu tinggi dalam sistem tertutup akan menghasilkan tekanan di atas 1 atm. Tekanan tinggi ini akan mencegah pertumbuhan kristal (Rizal & Ismunandar 2007).

4. KESIMPULAN

Penambahan asam oleat pada sintesis nanokristal magnetit mampu menurunkan ukuran kristal magnetit. Penambahan asam oleat dalam suasana basa akan menghasilkan suatu surfaktan natrium oleat yang akan melapisi partikel-partikel magnetit. Penggunaan teknik hidrotermal pada sintesis magnetit akan menghasilkan tekanan di atas 1 atm sehingga mampu menghasilkan ukuran kristal yang lebih kecil.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah M, Virgus Y, Nirmin, Khairurrijal. 2008. Sintesis nanomaterial. *J Nanosains Nanoteknologi* 1:33-57.
- Abdullah M. 2009. *Pengantar Nanosains*. Bandung: ITB Pr.
- Byrappa K, Adschiri T. 2007. Hydrothermal technology for nanotechnology. *Prog in Cryst Growth and Characterization Mat* 53:117-166.
- Cotton FA, Wilkinson G, Murillo CA, Bochman M. 1999. *Advanced Inorganic Chemistry*. Texas: J Wiley.
- Cullity BD, Stock SR. 2001. *Elements of X-Ray Diffraction*. New Jersey: Prentice Hall.
- Duan L, Jia S, Wang Y, Chen J, Zhao L. 2009. Synthesis of Fe₃O₄ polyhedra by hydrothermal method: using L-arginine as precipitator. *J Mat Sci* 44:4407-4412.
- Kendelewicz *et al.* 1999. X-ray absorption and photoemission study of the adsorption of aqueous Cr(VI) on single crystal hematite and magnetite surfaces. *Surface Sci* 424:219-231.
- Liang *et al.* 2006. Synthesis of nearly monodisperse iron oxide and oxyhydroxide nanocrystals. *Adv Functional Mat* 16:1805-1813.
- Rizal M, Ismunandar. 2007. Sintesis dengan metode hidrotermal dan karakterisasi senyawa berstruktur Aurivillius Bi₄Ti₃O₁₂. *J Mat Sains* 12:44-48.
- Wiberg N. 1995. *Lehrbuch der Anorganischen Chemie*. New York: Walter de Gruyter.
- Yin M, Willis A, Redl F, Turro NJ, Brien SP. 2004. Influence of capping groups on the synthesis of γ -Fe₂O₃ nanocrystals. *J Mat Res*. 19:1208-1215.
- Zhao S, Asuha S. 2010. One-pot synthesis of magnetite nanopowder and their magnetic properties. *Powder Technol* 197:295-297.